



TESIS - SK142502

# SINTESIS $\text{SnO}_2$ NANOPARTIKEL DARI LOGAMNYA DENGAN METODE ELEKTROKIMIA

RAHMI

NRP 1414 201 016

DOSEN PEMBIMBING

Dr.rer.nat. FREDY KURNIAWAN, M.Si

PROGRAM MAGISTER

BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANALITIK

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2016



THESIS - SK142502

# SYNTHESIS $\text{SnO}_2$ NANOPARTICLES OF THE METAL BY ELECTROCHEMICAL METHOD

RAHMI

NRP 1414 201 016

SUPERVISOR

Dr.rer.nat. FREDY KURNIAWAN, M.Si

MASTER PROGRAM

ANALYTICAL CHEMISTRY

CHEMISTRY DEPARTMENT

FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2016

## LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Sains (M.Si)  
di  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :  
RAHMI  
NRP. 1414 201 016


Tanggal Ujian : 1 Juni 2016  
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh :



1. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si.  
NIP. 19740428 199802 1 001

(Pembimbing)



2. Suprpto, M.Si., Ph.D.  
NIP. 19720919 199802 1 001

(Penguji)




3. Dr. Fahimh Martak, M.Si.  
NIP. 19660703 199102 2 001

(Penguji)



Direktur Program Pascasarjana,



Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc., Ph.D.  
NIP. 19601202 198701 1 001

## SINTESIS SnO<sub>2</sub> NOPARTIKEL DARI LOGAMNYA DENGAN METODE ELEKTROKIMIA

Nama Mahasiswa : Rahmi  
NRP : 1414 201 016  
Dosen Pembimbing : Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si

### ABSTRAK

SnO<sub>2</sub> nanopartikel telah disintesis menggunakan metode elektrokimia. Logam timah sebagai anoda dan katoda dalam elektrolisis. Larutan asam klorida digunakan sebagai larutan elektrolit. Pengaruh terhadap konsentrasi asam klorida dan potensial telah diamati. Spektrofotometer UV-Vis merupakan karakterisasi untuk mengetahui nilai absorbansi yang berhubungan dengan jumlah SnO<sub>2</sub> nanopartikel, sedangkan nilai pada panjang gelombang maksimum berhubungan dengan ukuran. Zeta sizer digunakan untuk mengetahui ukuran SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Kristal SnO<sub>2</sub> nanopartikel dipastikan berdasarkan *X-ray Diffraction* (XRD). Pola difraktogram menunjukkan tiga puncak tajam yang ditunjukkann pada (110), (101), dan (211) masing-masing pada sudut  $2\theta = 26,58^\circ$ ;  $33,39^\circ$  dan  $52,04^\circ$ . Ini sesuai dengan pola difraksi standar SnO<sub>2</sub> dan diidentifikasi sebagai struktur tetragonal. Vibrasi antisimetri Sn-O pada bilangan gelombang  $580\text{ cm}^{-1}$  ditunjukkan oleh spektrum *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Semakin besar potensial yang digunakan maka semakin banyak jumlah SnO<sub>2</sub> yang dihasilkan, namun keadaan ini diperoleh hingga potensial 60 volt. Semakin besar konsentrasi HCl semakin besar pula ukuran nanopartikelnya, ini diperoleh pada konsentrasi HCl 0,06 M.

**Kata kunci** : asam klorida, elektrokimia, potensial, SnO<sub>2</sub> nanopartikel.

# SYNTHESIS OF TIN DIOXIDE NANOPARTICLES OF THE METAL BY ELECTROCHEMICAL METHOD

By : Rahmi  
Student Identity Number : 1414 201 016  
Supervisor : Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si

## ABSTRACT

SnO<sub>2</sub> nanoparticles have been synthesized using an electrochemical method. Tin bare as anode and cathode in electrolysis. The hydrochloric acid solution is used as an electrolyte solution. The influence of the hydrochloric acid concentration and potential has been observed. UV-Vis spectrophotometer was used to determine the absorbance value at maximum wavelength associated with the amount of SnO<sub>2</sub> nanoparticles, while the maximum wavelength associated with the size. Zeta Sizer was used to determine the size of SnO<sub>2</sub> nanoparticles. Crystal SnO<sub>2</sub> nanoparticles confirmed by X-ray Diffraction (XRD). Diffractogram pattern shows three sharp peaks shown in (110), (101) and (211) respectively at an angle  $2\theta = 26.58^\circ$ ;  $33.39^\circ$  and  $52.04^\circ$ . This corresponds to the standard diffraction patterns of SnO<sub>2</sub> and identified as tetragonal structure. Antisymmetrical vibration Sn-O at  $580\text{ cm}^{-1}$  indicated by the spectrum of Fourier Transform Infrared (FTIR). The greater potential was used, the number of SnO<sub>2</sub> nanoparticles was become much more than lower potential, but the optimum potential obtained at 60 volt. The higher HCl concentration, the size of SnO<sub>2</sub> nanoparticles was bigger than smaller concentration. The optimum HCl concentration to produce more amounts of SnO<sub>2</sub> nanoparticles at 0.06 M.

**Keywords:** *chloride acid, electrochemical, potential, SnO<sub>2</sub> nanoparticles.*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan limpahan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis yang berjudul “Sintesis SnO<sub>2</sub> Nanopartikel dari Logamnya dengan Metode Elektrokimia” dapat diselesaikan. Ucapan terima kasih tak lupa diucapkan kepada:

1. Bapak Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku dosen pembimbing dan juga Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik yang telah memberikan waktu, arahan, bimbingan, pemahaman, ilmu dan segala diskusi selama proses penulisan tesis ini.
2. Bapak Prof. Mardi Santoso, Ph.D selaku Kaprodi Magister Kimia ITS.
3. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si, M.Si selaku ketua jurusan Kimia.
4. Bapak Suprpto, M.Si., Ph.D selaku dosen wali sekaligus dosen penguji.
5. Ibu Dr. Fahimah Martak, M.Si selaku dosen penguji
6. Seluruh jajaran Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA ITS atas segala dedikasinya dan ilmu yang telah diberikan.
7. Kedua orang tua dan orang-orang terdekat yang selalu memberikan dukungan dan do'a.
8. Teman-teman dan adik-adik seperjuangan di Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik, teman-teman Pra S2-S2 Saintek dan teman-teman magister kimia ITS serta semua pihak yang telah membantu dalam proses penulisan tesis ini.

Semoga semua bantuan yang telah diberikan dapat diganti dengan pahala yang tak terputus dan semoga tesis bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, Juni 2016

Rahmi

## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI .....</b>	<b>5</b>
2.1 Timah (Sn) .....	5
2.2 SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	6
2.3 Elektrolisis .....	7
2.4 Spektrofotometer Sinar Tampak (UV-Vis) .....	8
2.5 Zeta Sizer .....	11
2.6 X-Ray Diffraction (XRD) .....	13

2.7 Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR) .....	16
<b>BAB 3 METODA PENELITIAN .....</b>	<b>19</b>
3.1 Alat dan bahan .....	19
3.1.1 Alat .....	19
3.1.2 Bahan .....	19
3.2 Prosedur Penelitian .....	19
3.2.1 Preparasi Elektroda Timah .....	19
3.2.2 Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	20
3.2.3 Karakterisasi SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	22
<b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>25</b>
4.1 Elektrolisis dan Pembentukan SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	25
4.2 Hasil Analisis FTIR .....	25
4.3 Hasil Analisis XRD .....	27
4.4 Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	28
4.5 Hasil Analisis Zeta Sizer .....	52
<b>BAB 5 KESIMPULAN .....</b>	<b>57</b>
5.1 Kesimpulan .....	57
5.2 Saran .....	58
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>59</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>63</b>
<b>BIODATA PENULIS .....</b>	<b>65</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Jenis Timah (a) Logam, (b) Serbuk .....	5
Gambar 2.2 Spektrum Absorpsi UV-Vis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel (Gondal et al., 2010) .....	9
Gambar 2.3 Spektra UV-Vis Nikel Hidroksida Nanopartikel yang Ditentukan pada 0,1 - 0,5 M Natrium Sitrat pada 55 V selama 30 menit (Budipramana, 2014) .....	10
Gambar 2.4 Spektra UV-Vis Nikel Hidroksida Nanopartikel yang Ditentukan pada 0,3 M Natrium Sitrat pada 10 - 55 V selama 30 menit (Budipramana, 2014) .....	10
Gambar 2.5 Cahaya yang Dihamburkan Jatuh pada Detektor .....	12
Gambar 2.6 Distribusi Ukuran Emas Nanopartikel .....	13
Gambar 2.7 Spektrum XRD SnO <sub>2</sub> yang Disintesis dengan Teknik PLA .....	15
Gambar 2.8 Spektrum FTIR SnO <sub>2</sub> Nanopartikel dengan Metode Dekomposisi Termal .....	16
Gambar 2.9 Spektrum FTIR SnO <sub>2</sub> Nanopartikel dengan Teknik PLA .....	17
Gambar 3.1 Elektroda Timah .....	20
Gambar 3.2 Skema Sel Elektrolisis untuk Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	20
Gambar 4.1 Spektrum FTIR SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	26
Gambar 4.2 Spektra XRD SnO <sub>2</sub> Nanopartikel .....	27
Gambar 4.3 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel Menggunakan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 10 – 50 V..	29
Gambar 4.4 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel Menggunakan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 60 – 100 V33	
Gambar 4.5 Grafik Waktu yang Dibutuhkan SnO <sub>2</sub> Nanopartikel Mengendap saat Sintesis dengan HCl 0,02 M pada Potensial 10 – 100 Volt .....	36
Gambar 4.6 Spektra UV-Vis Koloid SnO <sub>2</sub> Nanopartikel yang Disintesis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada berbagai Potensial .....	38

Gambar 4.7 Massa Timah yang Terlarut dalam Koloid SnO <sub>2</sub> Nanopartikel saat Sintesis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 10 – 100 Volt .....	39
Gambar 4.8 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel Menggunakan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,01 M .....	40
Gambar 4.9 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis SnO <sub>2</sub> Nanopartikel Menggunakan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,02 - 0,06 M .....	45
Gambar 4.10 Spektra UV-Vis Koloid SnO <sub>2</sub> Nanopartikel yang Disintesis dengan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M .....	49
Gambar 4.11 Massa Timah yang Terlarut dalam Koloid SnO <sub>2</sub> Nanopartikel saat Sintesis dengan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M .....	51
Gambar 4.12 Grafik Waktu yang Dibutuhkan SnO <sub>2</sub> Nanopartikel Mengendap saat Sintesis dengan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M .....	52
Gambar 4.13 Distribusi Ukuran Hasil Analisis Instrumen Zeta Sizer saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 60 Volt .....	53
Gambar 4.14 Distribusi Ukuran Hasil Analisis Instrumen Zeta Sizer saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,06 M pada Potensial 60 Volt .....	55

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Distribusi Ukuran pada Emas Nanopartikel.....	13
Tabel 4.1 Massa Logam Timah yang Terlarut dalam Koloid SnO <sub>2</sub> Nanopartikel saat Sintesis dengan HCl 0,02 M pada Potensial 10 – 100 Volt .....	37
Tabel 4.2 Massa Logam Timah yang Terlarut dalam Koloid SnO <sub>2</sub> Nanopartikel yang Disintesis Menggunakan Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M pada Potensial 60 Volt .....	50
Tabel 4.3 Hasil Analisis Instrumen <i>Zeta Sizer</i> saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 60 Volt.....	52
Tabel 4.4 Hasil Analisis Instrumen <i>Zeta Sizer</i> saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,06 M pada Potensial 60 Volt.....	54

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>1. Skema Kerja.....</b>	<b>63</b>
1.1 Preparasi Elektroda Timah .....	63
1.2 Preparasi dan Karakterisasi SnO <sub>2</sub> Nanopartikel.....	63

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Nanoteknologi merupakan desain, fabrikasi dan aplikasi nanostruktur atau nanomaterial dan pemahaman mendasar dari hubungan antara sifat fisik atau fenomena serta dimensi material (Cao, 2004). Beberapa dekade terakhir, bidang nanoteknologi telah mengalami perkembangan yang luar biasa sehingga prosedur sintesis yang baru, dikontrol dari berbagai bahan berskala nano dan pengukuran sifat uniknya. Sifat ini termasuk optik, elektronik, magnetik, kimia, mekanik dan katalitik, biasanya dapat disetel dengan ukuran, bentuk dan komposisi dari struktur nano (Zamborini et al., 2011).

Nanomaterial setidaknya memiliki ukuran satu dimensi geometris kurang dari 100 nm. Bagian tersebut termasuk nanotube, nanofibers, nanoclays, nanocomposites, nanoporous, kawat nano, dan partikel nano (Bensebaa, 2013). Pengaruh ukuran secara kimia merupakan sebuah fenomena perubahan kualitatif dalam sifat fisikokimia dan reaktivitas, tergantung pada jumlah atom atau molekul dalam partikel (Sergeev and Klabunde, 2013).

Partikel berukuran nano dapat dibentuk dari sebagian elemen pada tabel periodik. Elemen tersebut dapat diklasifikasikan sebagai logam, semikonduktor, ion, gas mulia atau molekul yang sesuai dengan unsurnya (Blackman and Binns, 2008). Timah merupakan salah satu sumber daya mineral logam yang keberadaannya melimpah di Indonesia dan pemanfaatannya telah banyak dilakukan dalam sintesis partikel berskala nano.

Timah oksida ( $\text{SnO}_2$ ) merupakan sebuah tipe-n semikonduktor dengan band gap 3,65 eV dan  $\text{SnO}_2$  telah dikembangkan dalam berbagai aplikasi, diantaranya sebagai fotokatalitik (Yu et al., 2003), katalis (Bhattacharjee et al., 2015), sensor gas (Liu et al., 2009), baterai (Wei et al., 2015), antibakterial dan antioksidan (Vidhu and Philip, 2015). Aplikasi ini biasanya digunakan dalam

bentuk nanopartikel, diantaranya nanosheets (Masuda and Kato, 2009), nanorods clusters (Supothina et al., 2011), nanopyramids dan nanoplates (Vasanth et al., 2014), nanorod array (Zhou et al., 2013), nanorod bundles (Wen et al., 2013), dan nanospheres (Wei et al., 2015).

Nanopartikel telah berhasil dilakukan dengan berbagai macam metode. Metode sintesis yang telah dilakukan antara lain mikrowave (Krishnakumar et al., 2009), hidrotermal (Chu et al., 2014) sol–gel (Aziz et al., 2013; Vijayarangamuthu and Rath, 2014) mikroemulsi (Zamand et al., 2014), solvothermal (Rajendran and Anandan, 2012), dekomposisi termal (Davar et al., 2010), sonokimia (Yu et al., 2011), presipitasi (Ibarguen et al., 2007; Gaber et al., 2013) dan sintesis biogenik (Vidhu and Philip, 2015). Semua metode terbukti efektif dalam mengontrol ukuran partikel  $\text{SnO}_2$ . Namun, metode ini menuntut waktu yang lama untuk sintesis dan proses yang rumit. Hal ini tidak dapat dilakukan dalam pembuatan skala besar (Zhang et al., 2009).

Metode elektrokimia merupakan metode yang mulai dikembangkan dalam sintesis partikel berskala nano. Efisiensi metode elektrokimia dalam sintesis nanopartikel menawarkan beberapa keuntungan termasuk kontrol ukuran partikel, hasil yang sangat baik, kesederhanaan operasional dan mengurangi dampak pencemaran lingkungan (Anandgaonker et al., 2015).

Sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel secara elektrokimia dilakukan oleh Teh et al (2013) yakni fotoelektroda timah oksida nanopori disiapkan dengan anodisasi elektrokimia dalam larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Pada proses anodisasi menggunakan lembaran timah sebagai elektroda kerja dan lembaran platina sebagai elektroda bantu. Ukuran timah oksida nanopori yang didapatkan 0,22  $\mu\text{m}$ .

Penelitian lain dilakukan oleh Wang et al (2011) menggunakan metode yang sama yaitu anodisasi elektrokimia dalam larutan elektrolit untuk menghasilkan timah oksida nanopori. Pada proses ini, lembaran timah digunakan sebagai anoda dan lembaran titanium digunakan sebagai katoda, sedangkan larutan elektrolit alkalin yang digunakan adalah  $\text{NaOH}$ . Dengan melakukan variasi waktu, konsentrasi larutan dan potensial, dihasilkan film  $\text{SnO}_2$  nanopori

dengan ukuran 10-60 nm. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh kondisi anodisasi yang digunakan dalam pembentukan film SnO<sub>2</sub> nanopori.

Sintesis dengan metode yang sama juga dilakukan oleh Zaraska et al (2013) untuk menghasilkan lapisan nanopori timah oksida. Lapisan timah oksida nanopori disintesis secara elektrokimia dengan kontrol potensial anodisasi pada logam timah yang terelektrodeposisi pada plat Cu.

Nanopartikel logam telah banyak disintesis secara elektrokimia, hal ini dikarenakan metode tersebut memiliki kelebihan untuk mengontrol ukuran partikel yang dihasilkan. Beberapa kontrol yang dilakukan dapat berupa variasi pada konsentrasi larutan dan variasi pada potensial yang digunakan. Berdasarkan studi literatur sintesis nanopartikel logam yang melakukan kontrol tersebut, telah dilakukan pada sintesis emas nanopartikel dan nikel nanopartikel. Sintesis emas nanopartikel telah dilakukan Husna (2011) dengan menggunakan logam emas. Sintesis ini dibuat dengan menggabungkan dua metode yakni metode elektrokimia menggunakan larutan elektrolit NaCl dan metode Turkevich menggunakan zat pereduksi Na-sitrat. Pengamatan dilakukan terhadap pengaruh konsentrasi NaCl, Na-sitrat dan potensial.

Disisi yang lain, sintesis nikel nanopartikel dilakukan oleh Budipramana (2014). Sintesis berdasarkan sistem elektrolisis yang mana logam nikel digunakan sebagai katoda dan anoda. Dengan menggunakan Na-sitrat sebagai zat pereduksi, dilakukan variasi konsentrasi Na-sitrat dan variasi beda potensial untuk mengetahui kondisi optimum pembentukan nikel hidroksida nanopartikel. Metode elektrokimia lain oleh Allagui and Wuthrich (2011) berhasil mensintesis nikel oksida nanopartikel dari lembaran nikel dengan discharge elektrokimia. Hasil sintesis dengan metode discharge elektrokimia menunjukkan pengaruh variasi potensial dan pengaruh waktu dalam proses pembentukan partikel yang berukuran nano.

Pada penelitian ini telah dilakukan cara sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel dari logamnya dengan metode elektrokimia menggunakan larutan elektrolit asam klorida. Pengaruh konsentrasi asam klorida dan pengaruh potensial diamati dalam pembentukan partikel berukuran nano.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Metode sebelumnya terbukti efektif dalam mengontrol ukuran partikel  $\text{SnO}_2$ . Namun, metode ini menuntut waktu yang lama untuk sintesis dan proses yang rumit sehingga diperlukan suatu metode yang lebih sederhana menggunakan metode elektrokimia untuk mensintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dengan menggunakan logam Sn sebagai prekursor. Keuntungannya yaitu ukuran nano yang dihasilkan dapat dikontrol dengan baik, tidak memerlukan waktu yang lama dalam sintesis dan memiliki kesederhanaan operasional. Tetapi konsentrasi larutan elektrolit dan potensial berpengaruh terhadap ukuran  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Oleh karena itu dilakukan pengamatan terhadap pengaruh konsentrasi larutan elektrolit HCl dan pengaruh potensial pada metode sintesis ini.

## **1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menghasilkan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dengan metode elektrokimia menggunakan logam timah dan asam klorida sebagai larutan elektrolit. Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat dilakukan pengembangan penelitian lebih lanjut mengenai  $\text{SnO}_2$  nanopartikel ke berbagai aplikasi.



## BAB 2

### KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

Terkait dengan tujuan penelitian ini yaitu menghasilkan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dengan metode elektrokimia, maka tinjauan pustaka ini akan dibahas tentang timah (Sn),  $\text{SnO}_2$  nanopartikel, elektrolisis dan instrumen yang akan digunakan untuk karakterisasi.

#### 2.1 Timah (Sn)

Timah merupakan perak logam putih yang ditempa dan elastis pada suhu biasa, tetapi pada suhu rendah menjadi rapuh, hal ini disebabkan oleh transformasi menjadi modifikasi alotropik yang berbeda. Timah meleleh pada suhu  $231,8^\circ\text{C}$  (Svehla, 1979).

Timah memiliki tiga bentuk alotropi yang berbeda. Timah abu-abu memiliki struktur berlian dengan massa jenis  $5,75\text{ g cm}^{-3}$  dan stabil di bawah suhu  $286\text{ K}$ . Timah putih berupa kristal tetragonal yang mempunyai massa jenis  $7,31\text{ g cm}^{-3}$  dan stabil antara suhu  $286$  dan  $434\text{ K}$ . Timah memiliki struktur rombik, sehingga diberi nama timah rombik dan memiliki massa jenis  $6,56\text{ g cm}^{-3}$  (Chambers and Holliday, 1975).



Gambar 2.1 Jenis Timah (a) Logam, dan (b) Serbuk

## 2.2 SnO<sub>2</sub> Nanopartikel

Indonesia merupakan salah satu Negara yang kaya akan sumber daya alam termasuk sumber daya mineral logam. Kesadaran akan banyaknya mineral logam ini mendorong bangsa Indonesia untuk dapat memanfaatkan sumber daya alam tersebut secara efisien. Dalam pemanfaatannya, tentu saja menggunakan berbagai metode dan teknologi sehingga dapat diperoleh hasil yang optimal dengan keuntungan yang besar, dan biaya produksi yang seminim mungkin serta ramah lingkungan.

Timah merupakan salah satu dari sumber daya mineral logam yang dapat menghasilkan partikel berukuran nano. Timah dioksida nanopartikel telah ditemukan diberbagai aplikasi diantaranya sebagai baterai (Wei et al., 2015), katalis (Bhattacharjee et al., 2015), sensor gas (Liu et al., 2009), fotokatalitik (Yu et al., 2003), antibakterial dan antioksidan (Vidhu and Philip, 2015) dan aplikasi lainnya. Sifat SnO<sub>2</sub> merupakan kontrol potensial yang tergantung pada perbedaan fasa pada alur pembuatannya, jalannya sintesis dan metode yang digunakan. Dan penambahan bahan kimia pada material, bentuk morfologi pada powder, berpengaruh pada sifat kimia dan fisiknya (Choudhary et al., 2012).

Kehadiran timah dalam ranah nanoteknologi merupakan suatu pencapaian untuk membuat partikel berskala nano. Berbagai metode sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel sudah banyak dikembangkan, salah satunya adalah metode reaktor tabung helikal dengan hidrotermal secara berkesinambungan yang dilakukan oleh Chu et al (2014). Bahan yang digunakan SnCl<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O yang ditambahkan dengan air distilasi (dalam pengadukan) kemudian sejumlah asam klorida dengan perbandingan ( $V_{H_2O} : V_{HCl} = 75 : 1$ ) ditambahkan untuk mencegah hidrolisis Sn<sup>4+</sup>. Setelah itu 15 mol/L NH<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O dimasukkan melalui pompa injeksi pada suhu 45°C sampai pH larutan meningkat sampai 5 untuk menghasilkan endapan SnO<sub>2</sub>. Endapan putih ditentukan setelah dicuci dengan air distilasi dan etanol anhidrat. Sintesis ini menghasilkan ukuran partikel 4-7 nm.

Metode sintesis lain dilakukan oleh (Mendes et al., 2012) menggunakan metode hidrotermal dengan bantuan gelombang mikro. Prekursor yang digunakan adalah SnCl<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O (98%) 0,14 M dan mendapatkan hasil sekitar 3-5 nm. Reagen

ini ditambahkan secara perlahan kedalam 200 mL air deionisasi pada suhu ruang dengan pengadukan untuk menghasilkan larutan koloid transparan. HCl 100 mL ditambahkan dan dituang ke dalam autoklaf tertutup yang berisi 110 mL polytetrafluoroethene (PTFE), kira-kira mencapai 90% dari volume total. Radiasi gelombang mikro yang dipakai 2,45 GHz dengan daya maksimum 800 W pada suhu 160°C.

Timah dioksida nanopartikel dapat menunjukkan keunikan sifat fisika dan kimia terhadap limit ukuran dan densitas yang tinggi pada sudut dan tepi permukaan. Dari beberapa penelitian menunjukkan hasil karakterisasi yang berbeda pada bentuk timah nanopartikel. Hal ini tidak terlepas dari pengaruh metode sintesis yang digunakan dan penambahan bahan kimia pada material.

### **2.3 Elektrolisis**

Elektrolisis merupakan salah satu metode dalam elektrokimia. Metode ini didasarkan pada reaksi kimia yang memerlukan arus listrik. Peralatan elektrolisis minimal terdiri dari tiga komponen penting, yaitu anoda, katoda dan elektrolit. Anoda adalah elektroda tempat berlangsungnya reaksi oksidasi, elektroda adalah konduktor yang digunakan untuk bersentuhan langsung dengan bagian atau media non logam dari sebuah sirkuit (misal semikonduktor, elektrolit). Anoda berupa logam penghantar listrik, pada sel elektrokimia anoda akan terpolarisasi jika arus listrik mengalir ke dalamnya. Katoda merupakan elektroda yang terpolarisasi jika arus listrik mengalir keluar darinya. Elektrolit adalah suatu zat yang larut atau terurai ke dalam bentuk ion-ionnya (Riyanto, 2013).

Metode ini diterapkan oleh Husna (2011) dalam mensintesis emas nanopartikel dari logamnya. Dengan menggabungkan dua metode yakni metode elektrokimia menggunakan larutan elektrolit NaCl dan metode Turkevich menggunakan zat pereduksi Na-sitrat. Pengamatan dilakukan terhadap pengaruh konsentrasi NaCl, Na-sitrat dan potensial. Hasil menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi NaCl semakin besar pula ukuran nanopartikelnya, sedangkan jumlah emas nanopartikel paling banyak dihasilkan dari sintesis menggunakan konsentrasi NaCl 0,02 M. Semakin besar konsentrasi Na-sitrat diperoleh ukuran

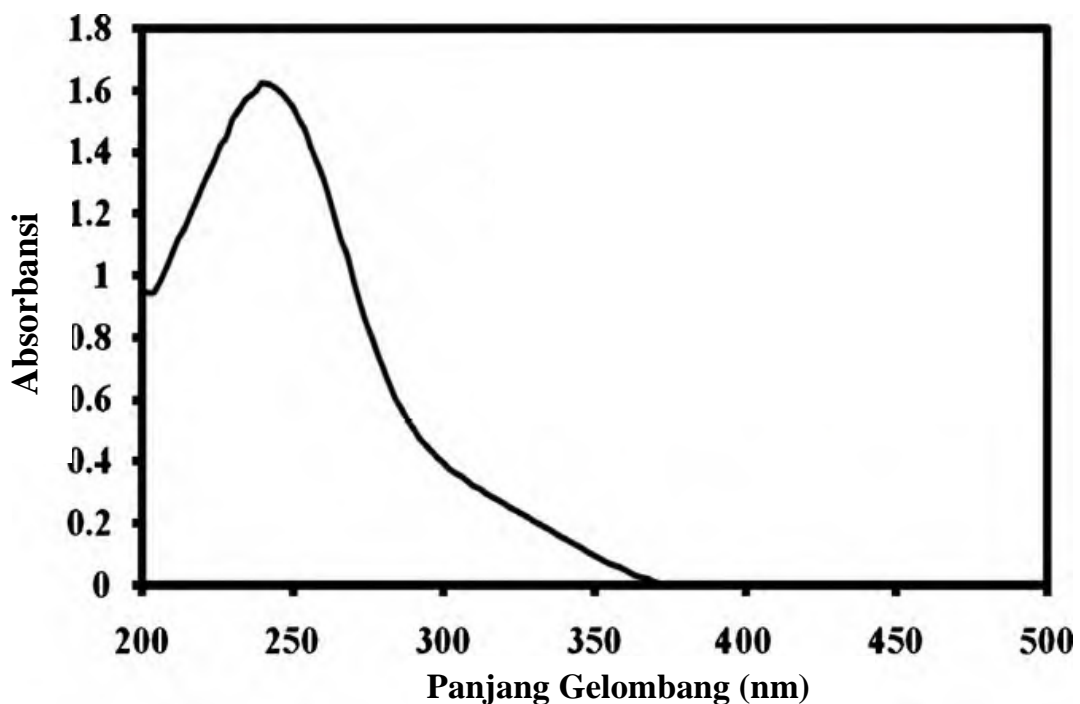
nanopartikel yang semakin kecil dan jumlah nanopartikel yang semakin banyak. Namun keadaan ini diperoleh hingga konsentrasi Na-sitrat 0,4 M. Apabila konsentrasi Na-sitrat dinaikkan maka emas nanopartikel tidak stabil dan terjadi pengendapan. Potensial minimum yang dapat digunakan untuk sintesis adalah 10 volt. Semakin besar potensial yang digunakan semakin besar ukuran dan jumlah emas nanopartikel yang diperoleh.

Pengembangan metode sintesis nanopartikel terus diupayakan, penelitian lain dengan metode elektrokimia telah dilakukan oleh Budipramana (2014). Menggunakan logam nikel untuk memperoleh nikel hidroksida nanopartikel. Dengan mengamati pengaruh pada penambahan konsentrasi zat pereduksi (Na-sitrat) dan pengaruh potensial, hasil yang stabil ditunjukkan pada kondisi 0,3 M Na-sitrat pada potensial 55 V selama 30 menit yaitu dengan ukuran 60 nm.

#### **2.4 Spektrofotometer Sinar Tampak (UV-Vis)**

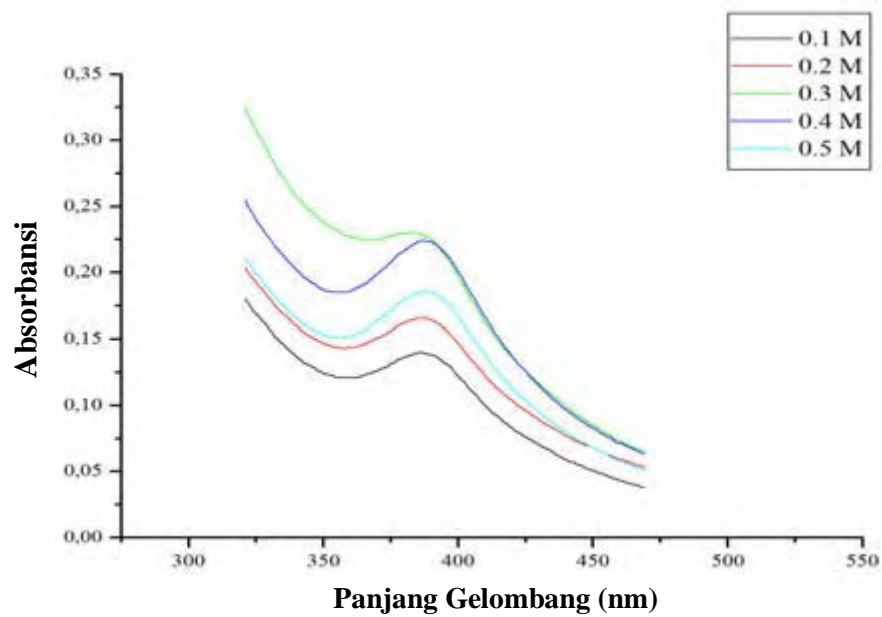
Spektrofotometer sinar tampak merupakan alat yang bekerja pada daerah ultra violet dan sinar tampak. UV memiliki panjang gelombang yang lebih pendek (100-400 nm) dibandingkan panjang gelombang sinar tampak (400-800 nm). Alat ini digunakan untuk mengukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampak oleh suatu materi dalam bentuk larutan. Spektrum yang diperoleh dari analisis dapat memberikan panjang gelombang dengan absorbansi maksimum dari senyawa atau unsur.

SnO<sub>2</sub> nanopartikel merupakan larutan yang tidak berwarna dan untuk karakterisasi nanopartikel dapat digunakan spektrofotometer pada daerah UV. Penelitian SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang menggunakan spektrofotometer UV dapat dilihat pada gambar 2.2 yang menampilkan hasil spektra absorpsi SnO<sub>2</sub>. Penelitian ini dilakukan oleh Gondal et al (2010) pada sintesis nanopartikel SnO<sub>2</sub> dengan metode high power pulsed laser. Hasil spektrum UV-Vis menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 240 nm dengan ukuran 3 nm.

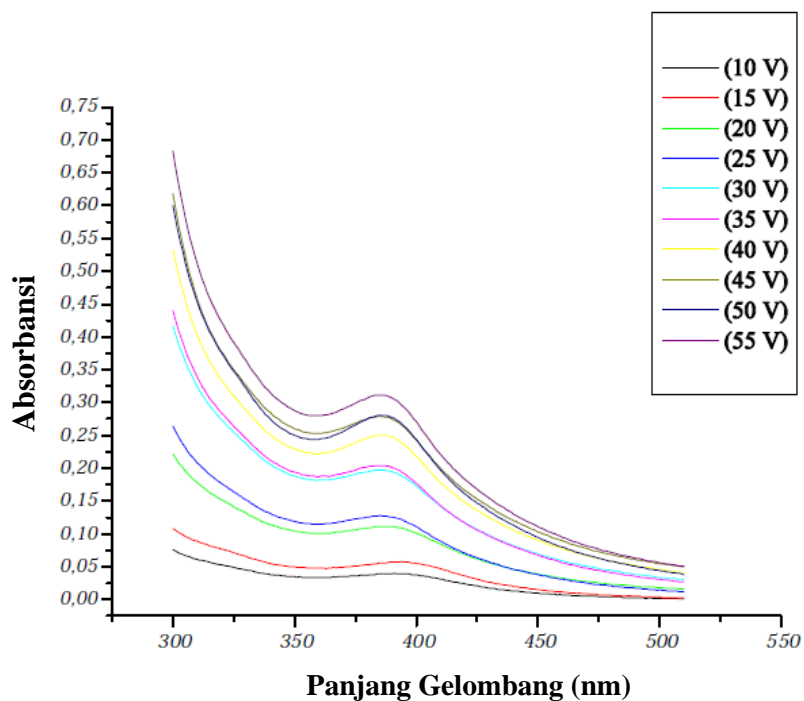


Gambar 2.2 Spektrum Absorpsi UV-Vis SnO<sub>2</sub> Nanopartikel (Gondal et al., 2010)

Penelitian lain telah dilakukan untuk melihat pengaruh konsentrasi terhadap pembentukan nanopartikel. Dari hasil spektra UV-Vis terhadap pengaruh penambahan konsentrasi natrium sitrat pada sintesis logam nikel yang dilakukan oleh Budipramana (2014) menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi yang diberikan maka diperoleh ukuran nanopartikel yang semakin kecil dan jumlah nanopartikel yang semakin banyak. Ini dapat dilihat pada gambar 2.3 yang mengindikasikan bahwa semakin besar konsentrasi natrium sitrat maka diperoleh nilai absorbansi yang besar pula. Namun keadaan ini diperoleh hingga konsentrasi natrium sitrat 0,3 M. Apabila konsentrasi natrium sitrat dinaikkan maka nilai absorbansi menjadi lebih kecil yang menandakan larutan nikel hidroksida nanopartikel tidak stabil dan terjadi pengendapan.



Gambar 2.3 Spektra UV-Vis Nikel Hidroksida Nanopartikel yang Ditentukan pada 0,1 - 0,5 M Natrium Sitrat pada 55 V selama 30 menit (Budipramana, 2014)



Gambar 2.4 Spektra UV-Vis Nikel Hidroksida Nanopartikel yang Ditentukan pada 0,3 M Natrium Sitrat pada 10 - 55 V selama 30 menit (Budipramana, 2014)

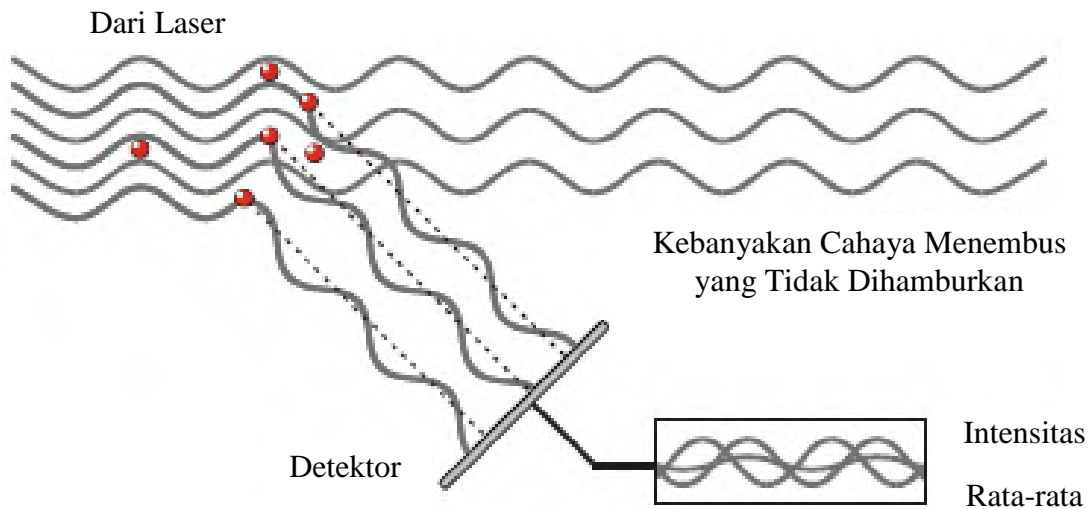
Budipramana (2014) juga melakukan pengamatan terhadap pengaruh potensial dalam pembentukan nikel hidroksida nanopartikel. Hasil menunjukkan bahwa potensial minimum yang dapat digunakan dalam sintesis adalah 10 V dan potensial maksimum pada 55 V. Ini dapat dilihat pada spektra UV-Vis gambar 2.4 yang menunjukkan bahwa semakin besar potensial saat sintesis berlangsung maka nilai absorbansi akan semakin besar, yang menandakan bahwa semakin banyak jumlah nikel hidroksida nanopartikel yang diperoleh. Dari metode ini dihasilkan nikel hidroksida nanopartikel berbentuk spherical dengan ukuran 60 nm.

## **2.5 Zeta Sizer**

*Zeta sizer* merupakan instrumen yang digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusi ukuran. *Zeta Sizer* melakukan pengukuran menggunakan proses *Dynamic Light Scattering* (DLS). DLS juga dikenal sebagai PCS (Photon Korelasi Spektroskopi) yang mengukur gerak Brown dan ini berkaitan pada ukuran partikel. Hal ini dilakukan dengan menyinari partikel menggunakan laser dan menganalisis fluktuasi intensitas cahaya yang terhambur.

Jika sebuah partikel kecil disinari oleh sumber cahaya seperti laser, partikel akan menghamburkan cahaya ke segala arah. Jika sebuah layar dekat dengan partikel, layarnya akan disinari oleh cahaya yang terhambur. Mengganti partikel tunggal dengan ribuan partikel yang diam (stasioner), layarnya akan menunjukkan pola bintik.

Gambar 2.5 di bawah ini menunjukkan gelombang yang disebarkan dari cahaya yang dihamburkan oleh partikel. Daerah terang dari cahaya dimana cahaya dihamburkan oleh partikel sampai pada layar dengan fase yang sama dan mengganggu secara konstruktif untuk membentuk bagian terang. Daerah gelap dimana penambahan fase yang saling bersifat merusak dan meniadakan satu sama lain.



Gambar 2.5 Cahaya yang Dihamburkan Jatuh pada Detektor

Contoh di atas menunjukkan bahwa partikel diam. Dalam situasi ini pola bintik juga akan diam baik dari segi posisi bintik maupun ukuran bintik. Secara prakteknya, partikel tersuspensi dalam suatu cairan tidak pernah diam. Partikel terus bergerak disebabkan oleh gerak Brown. gerak Brown adalah gerakan partikel karena tumbukan secara acak dengan molekul dalam cairan yang melingkupi partikel. Ciri penting dari gerak Brown bagi DLS adalah partikel kecil bergerak cepat dan partikel besar bergerak lebih lambat. Hubungan antara ukuran partikel dan kecepatan karena gerak Brown didefinisikan dalam persamaan Stokes-Einstein.

Ketika partikel terus bergerak, pola bintik juga akan muncul untuk bergerak. Sebagaimana partikel bergerak, penambahan fase konstruktif dan destruktif dari cahaya yang terhamburkan akan menyebabkan daerah terang dan gelap untuk tumbuh dan mengurangi intensitas atau dengan kata lain, intensitas pada setiap titik artikular sepertinya berfluktuasi. Instrumen *Zeta Sizer* mengukur tingkat fluktuasi intensitas dan kemudian menggunakan ini untuk menghitung ukuran partikel (Malvern Instruments, 2013).

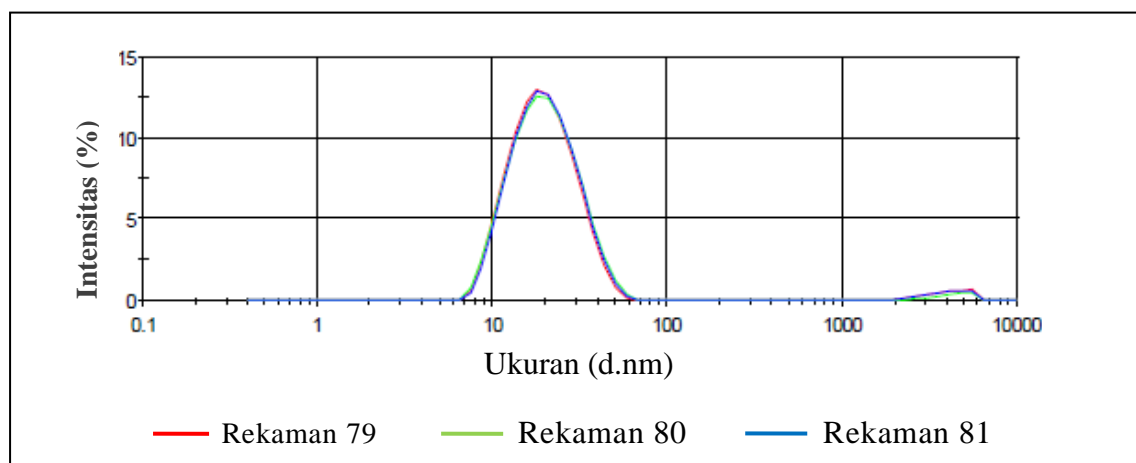
Tabel 2.1 menunjukkan distribusi ukuran partikel koloid emas dengan menggunakan instrumen *zeta sizer* (Verma et al, 2014). Tiga puncak yang berbeda didapatkan dan rata-rata dari jumlah itu diambil. Puncak rata-rata memberikan



diameter rata-rata partikel dan luas puncak memberikan persentase diameter rerata sesuai dengan intensitas yang dapat dilihat pada gambar 2.6.

Tabel 2.1 Distribusi Ukuran pada Emas Nanopartikel

Rekaman	Nama sampel	Ukuran rerata (d.nm)	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3	% area 1	% area 2	% area 3
79	20 mM	18,02	20,87	4181	0	97,2	2,8	0
80	20 mM	18,08	21,46	4464	0	98,3	1,7	0
81	20 mM	18,27	21,37	4169	0	98,3	2,7	0



Gambar 2.6 Distribusi Ukuran Emas Nanopartikel

## 2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi komponen suatu sampel. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya melalui celah Kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau Kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron dan neutron.

Sinar X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0,5 sampai 2,5 Angstrom. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi,

ditransmisikan dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan yang terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD.

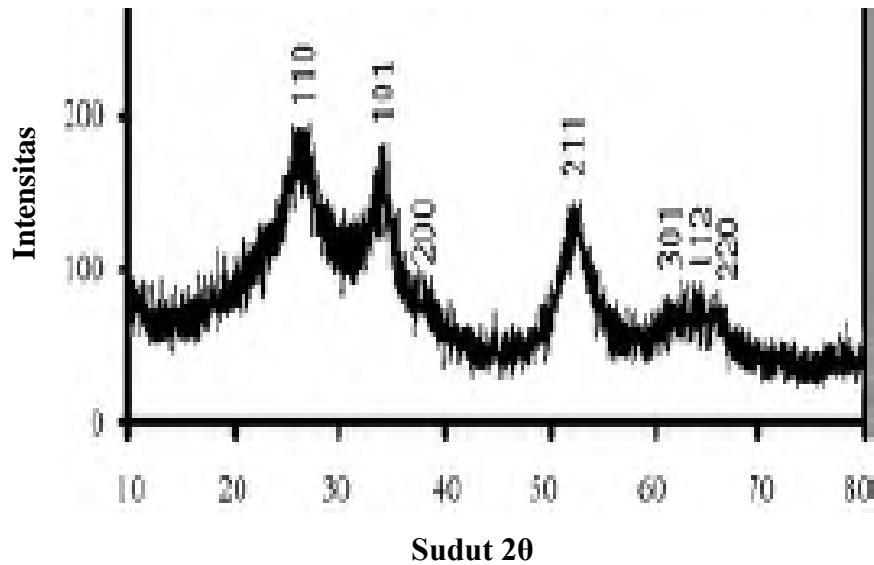
Teori mengenai sinar-X dari system Kristal telah dikembangkan dengan persamaan Laue. Kemudian Bragg mengembangkannya lebih lanjut dengan menggunakan model Kristal semi transparan yang terdiri dari beberapa lapisan atau bidang. Pada penelitiannya, sebagian sinar-X yang diarahkan ke suatu bidang akan terdifraksikan dengan suatu sudut refleksi yang sama dengan sudut sinar datang terhadap sudut sinar datang tersebut. Sebagian lagi akan diteruskan ke sisi dalam dan kemudian direfleksikan oleh bidang bagian lebih dalam dan seterusnya.

Berkas sinar yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg yang ditunjukkan dalam persamaan (2.1) merumuskan tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi.

$$n \lambda = 2 d \sin \theta, \quad (2.1)$$

dimana  $\lambda$  merupakan panjang gelombang sinar-X,  $\theta$  adalah sudut datang pada bidang kisi dan  $d$  adalah jarak antara dua bidang planar Kristal (Takeuchi, 2006).

Penelitian yang menggunakan XRD dalam mengidentifikasi sampel nanopartikel diantaranya penelitian yang dilakukan oleh Gondal et al (2010). Studi difraksi X-ray SnO<sub>2</sub> nanopartikel disiapkan dengan teknik PLA. Gambar 2.7 di bawah ini menggambarkan spektra XRD dari sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel menggunakan PLA dalam air deionisasi. Spektra difraksi dan jarak antar bidang dari produk sesuai dengan pola difraksi standar SnO<sub>2</sub>. Puncak dominan dari SnO<sub>2</sub> diidentifikasi pada  $2\theta = 26,66^\circ; 34,18^\circ; 52,3^\circ; 61,34^\circ$  dan  $65,54^\circ$  sesuai dengan (1 1 0), (1 0 1), (2 1 1), (1 1 2), (3 0 1), dan (3 0 2) dan tiga puncak yang kuat ditetapkan pada (1 1 0), (1 0 1) dan (2 1 1).



Gambar 2.7 Spektrum XRD  $\text{SnO}_2$  yang Disintesis dengan Teknik PLA

Parameter kisi  $\text{SnO}_2$  yang mewakili rutile tetragonal diperkirakan oleh persamaan (2.2):

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2} \sqrt{\left( \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right)} \quad (2.2)$$

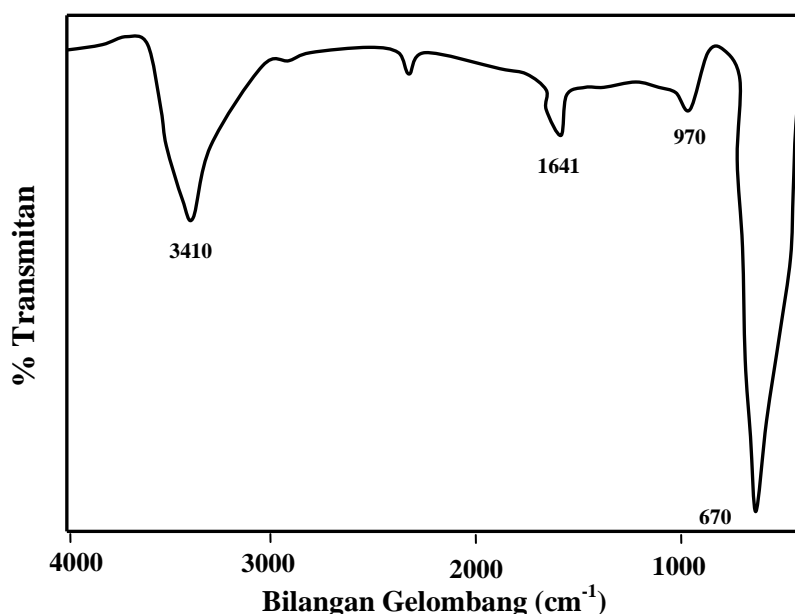
dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang pada X-ray, h, k, l merupakan indeks miller,  $\theta$  adalah sudut difraksi dan a dan c adalah parameter kisi. Dengan demikian, parameter kisi  $a = 4.741 \text{ \AA}$  dan  $c = 3.187 \text{ \AA}$  yang diperkirakan dengan menggunakan persamaan di atas. Dua parameter kisi yang lebih besar dari nilai material dalam ukuran besar. Hal ini dapat dihubungkan dengan perluasan parameter kisi dalam material nanostruktur yang telah dilaporkan dalam berbagai material. Ukuran rata-rata (d) pada  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dihitung dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang ditunjukkan pada persamaan (2.3) di bawah ini:

$$d = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.3)$$

dimana  $\beta$  adalah lebar penuh setengah maksimum. Rata-rata ukuran (d) SnO<sub>2</sub> nanopartikel dihitung dengan menggunakan rumus di atas pada ( $2\theta = 26,66^\circ$ ) adalah 3 nm.

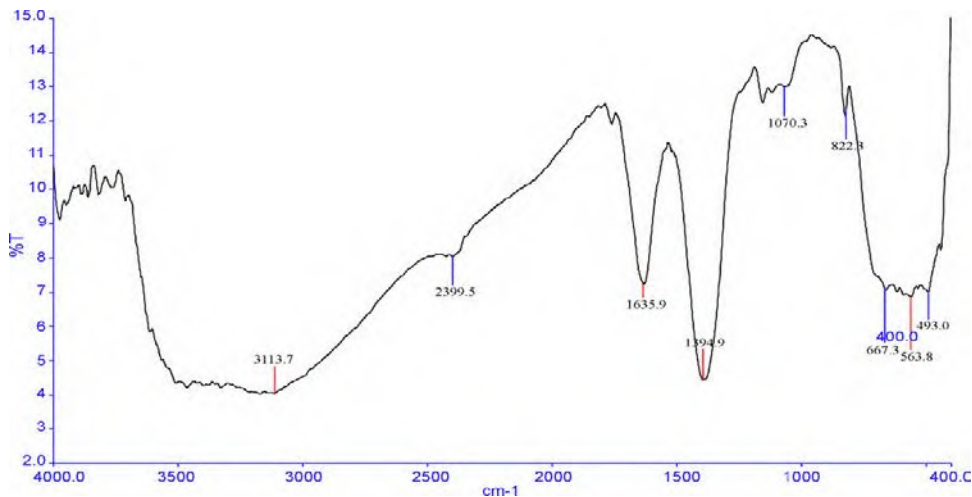
## 2.7 Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi material dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Analisis dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi khusus yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Pengukuran FTIR standar berlangsung pada range 7000 – 400 cm<sup>-1</sup>, tetapi dapat pula mencapai 50 cm<sup>-1</sup>, dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik, dan detektor. Metode FTIR ini memiliki keuntungan yaitu radiasi sumber sinar yang lebih tinggi, mengurangi waktu pengukuran, dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi. Saat pengukuran sampel ditempatkan dalam radiasi sinar IR, sampel akan menyerap radiasi pada frekuensi vibrasi dari molekul. Pengukuran spektrometer IR menghasilkan plot energi yang diserap dan frekuensi, dan disebut sebagai spektrum IR dari material yang dianalisis (Sibilia, 1996).



Gambar 2.8 Spektrum FTIR SnO<sub>2</sub> Nanopartikel dengan Metode Dekomposisi Termal

Gambar 2.8 menunjukkan spektrum FTIR dari SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Dalam spektrum ini, puncak di 3410 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur (*stretching vibration*) gugus OH dan puncak pada 1641 cm<sup>-1</sup> terkait dengan vibrasi tekuk (*bending vibration*) dari molekul air yang terserap. Sebuah puncak kecil di 970 cm<sup>-1</sup> ditetapkan sebagai permukaan oksigen (Sn-O *surfing*). Lebar puncak pada 670 cm<sup>-1</sup> ditetapkan sebagai vibrasi Sn-O-Sn. Puncak yang menunjukkan kelainan permukaan dalam struktur kristal pada lapisan permukaan oksida logam. Kelainan ini menyebabkan gaya pada atom berada di sekitar 670 cm<sup>-1</sup> sesuai dengan vibrasi Sn-O pada lapisan permukaan (Davar et al, 2010).



Gambar 2.9 Spektrum FTIR SnO<sub>2</sub> Nanopartikel dengan Teknik PLA

Gambar 2.9 menunjukkan spektrum FTIR dari sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel dengan teknik PLA. Spektrum ini muncul pada puncak serapan di 3100 – 3431 dan 1635 cm<sup>-1</sup>. Hal ini menunjukkan adanya vibrasi hidroksil yang menyatakan bahwa SnO<sub>2</sub> menahan sejumlah air yang terserap. Puncak yang diamati pada 1070 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi jenis lain pada permukaan gugus hidroksil. Puncak disekitar 2399 cm<sup>-1</sup> dihasilkan dari adsorpsi dan interaksi carbon dioksida di atmosfer dengan air. Vibrasi antisimetri Sn-O muncul di daerah 400 – 700 cm<sup>-1</sup>, vibrasi yang seperti inilah yang menegaskan adanya SnO<sub>2</sub> (Gondal et al, 2010).

Halaman ini sengaja dikosongkan

## **BAB 3**

### **METODA PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi pemanas (*hot plate*), neraca analitik Ohaus, power supply untuk sintesis nanopartikel, kabel *heat shrink*, kuvet quartz, *magnetic stirrer*, botol 100 mL, peralatan gelas (gelas kimia 50 mL, 100 mL, dan 200 mL, labu ukur 100 mL, gelas ukur 100 mL, pipet tetes, kaca arloji, corong, dan lain-lain). Sedangkan instrumen yang digunakan untuk karakterisasi SnO<sub>2</sub> nanopartikel adalah spektrofotometer sinar tampak (UV-Vis) GENESYS 10S, *Malvern Zetasizer Nano Series Instruments*, spektrofotometer *Shimadzu Fourier Transform Infrared (FTIR)* dan *Philips X' Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer)* XRD menggunakan Cu K $\alpha$ <sub>1</sub> radiasi ( $\lambda = 1.540598$  nm), K $\alpha$ <sub>2</sub> ( $\lambda = 1.544426$  nm).

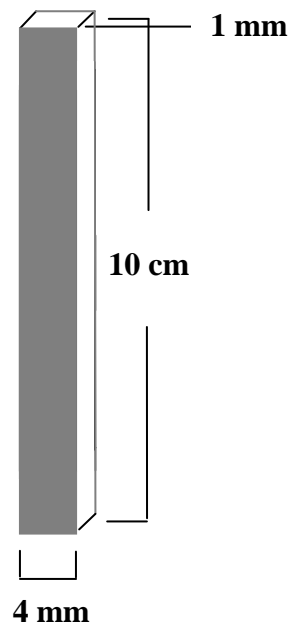
##### **3.1.2 Bahan**

Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah logam timah (*tin foil*) (Merck, 99,9%), asam klorida (Merck, 37%) dan aquademin.

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Preparasi Elektroda Timah**

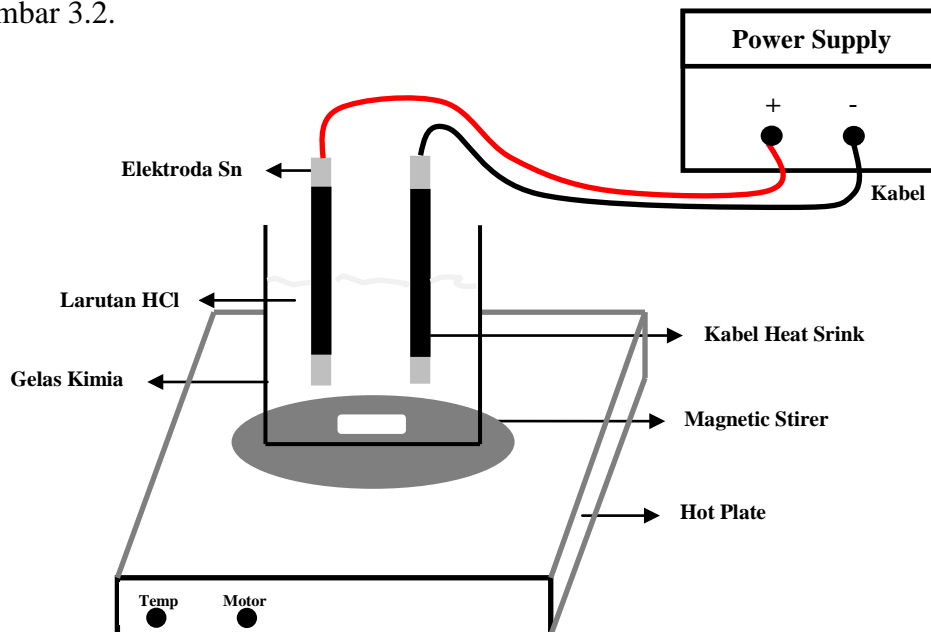
Elektroda timah dibuat dengan metode standar yang telah dilakukan oleh Husna tahun 2011 pada logam emas. Elektroda timah dibuat dari lembaran timah (*tin foil*). Lembaran timah tersebut dilebur dan dibentuk batangan dengan ukuran diameter 4 mm, ketebalan 1 mm dan panjang 10 cm. Uraian ini dapat dilihat pada gambar 3.1. Untuk memperjelas uraian secara detail, dibuat diagram alir pada penelitian yang dapat dilihat pada lampiran.



Gambar 3.1 Elektroda Timah

### 3.2.2 Sintesis $\text{SnO}_2$ Nanopartikel

Pada sintesis timah nanopartikel ini, digunakan seperangkat sel elektrolisis dengan timah sebagai elektroda pada katoda dan anoda. Larutan elektrolit yang digunakan pada sintesis ini adalah larutan asam klorida. Skema sel elektrolisis pada gambar 3.2.



Gambar 3.2 Skema Sel Elektrolisis untuk Sintesis  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel



Dalam sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel dilakukan pengamatan terhadap pengaruh potensial dan pengaruh konsentrasi larutan elektrolit HCl.

#### **A. Pengaruh Potensial**

Langkah kerja dalam penelitian ini yaitu menyiapkan dua elektroda timah kemudian masing-masing ditimbang massanya. Masing-masing elektroda yang sudah ditimbang beratnya, dihubungkan dengan penghantar positif dan negatif dari *power supply*. Kedua elektroda tersebut dicelupkan ke dalam gelas kimia yang berisi 100 mL larutan 0,02 M asam klorida yang di dalamnya terdapat *magnetic stirrer*. Proses ini berlangsung selama 15 menit dengan variasi potensial 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90 dan 100 V. Setelah selesai, kedua elektroda dilepas dan dikeringkan, kemudian masing-masing ditimbang massanya. Larutan didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui *plasmon band peak*. Pengujian ini dilakukan untuk menentukan absorbansi dan panjang gelombang maksimum. Larutan yang menghasilkan absorbansi dan panjang gelombang maksimum, selanjutnya digunakan untuk proses elektrolisis pada optimasi konsentrasi HCl.

#### **B. Pengaruh Konsentrasi HCl**

Metode yang digunakan sama dengan metode elektrolisis sebelumnya, yaitu menyiapkan dua elektroda timah kemudian masing-masing ditimbang massanya. Masing-masing elektroda yang sudah ditimbang beratnya, dihubungkan dengan penghantar positif dan negatif dari *power supply*. Kedua elektroda tersebut dicelupkan ke dalam gelas kimia yang berisi 100 mL larutan 0,02 M asam klorida yang di dalamnya terdapat *magnetic stirrer*. Proses ini berlangsung selama 15 menit dengan potensial 60 V sesuai hasil optimasi potensial. Setelah selesai, kedua elektroda dilepas dan dikeringkan, kemudian masing-masing ditimbang massanya. Selanjutnya dengan perlakuan yang sama, digunakan larutan HCl dengan berbagai konsentrasi, yaitu 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 dan 0,06 M. Larutan didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui

*plasmon band peak*. Pengujian ini dilakukan untuk menentukan absorbansi dan panjang gelombang maksimum pada koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel.

### 3.2.3. Karakterisasi SnO<sub>2</sub> Nanopartikel

Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh dari masing-masing perlakuan dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 190 – 400 nm untuk mengetahui absorbansi maksimum dari SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Cara pengukuran yaitu larutan blanko dimasukkan pada kuvet A dan koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel pada kuvet B (ukuran 10 x 10 x 43 mm) kemudian dimasukkan ke dalam instrumen UV-Vis. Ditentukan terlebih dahulu panjang gelombang maksimum dari SnO<sub>2</sub> nanopartikel setelah itu diukur absorbansi blanko pada kuvet A, lalu koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel dalam kuvet B diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.

SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang dihasilkan dari elektrolisis pada konsentrasi HCl 0,06 M dengan potensial 60 volt berupa koloid kuning yang berubah menjadi endapan berwarna putih. Endapan tersebut dipisahkan dari larutan kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C selama 24 jam. Serbuk yang diperoleh setelah pemanasan tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui komponen apa saja yang terkandung di dalamnya. Untuk pengujian, sampel disiapkan dalam bentuk pelet yang dibuat dengan cara mencampur sedikit serbuk SnO<sub>2</sub> nanopartikel dengan serbuk KBr. Sampel digerus sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam holder dan dilakukan pengepresan untuk mencetak sampel menjadi pelet. Sampel dalam bentuk pelet dimasukkan dalam *crucible*, kemudian digunakan instrumen FTIR untuk mengetahui komponen dalam sampel.

Selanjutnya SnO<sub>2</sub> nanopartikel dikarakterisasi XRD untuk mengetahui struktur kristalnya. Sampel disiapkan dalam bentuk padatan berupa serbuk SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Lalu sampel dimasukkan ke dalam *crucible* dan dikarakterisasi dengan instrumen XRD. Ditentukan sudut untuk pengukuran yakni menggunakan sudut panjang dari 10 - 100  $\theta$ , kemudian program dijalankan.

Untuk mengetahui ukuran dari SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh pada kondisi optimum terhadap potensial dan konsentrasi HCl, digunakan instrumen *Zeta Sizer*. Persiapan sampel untuk karakterisasi dengan *Zeta Sizer* yaitu koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel dimasukkan ke dalam kuvet, kemudian diukur absorbansi dan ditentukan indeks biasnya. Setelah itu, kuvet yang sudah berisi sampel dimasukkan ke dalam instrumen *Zeta Sizer*. Buka program (*zetasizer software*), diisi data sampel (nilai absorbansi dan indeks bias) kemudian jalankan program, lalu hasil pengukuran ditampilkan berupa puncak distribusi ukuran dalam sampel.

Halaman ini sengaja dikosongkan

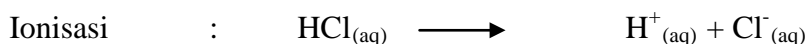
## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

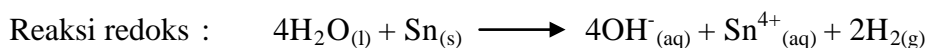
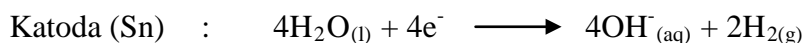
$\text{SnO}_2$  nanopartikel disintesis dengan menggunakan metode elektrokimia, yaitu suatu metode yang dapat mengontrol ukuran dari partikel yang akan dihasilkan.

#### 4.1 Elektrolisis dan Pembentukan $\text{SnO}_2$ Nanopartikel

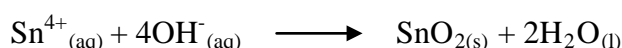
Pada sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel ini, proses sintesis dengan metode elektrokimia diawali dengan terjadinya ionisasi dari larutan HCl, yaitu:



Selanjutnya terjadi reaksi oksidasi pada anoda (Sn) dan reaksi reduksi pada katoda (Sn), yaitu:



Reaksi sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel:

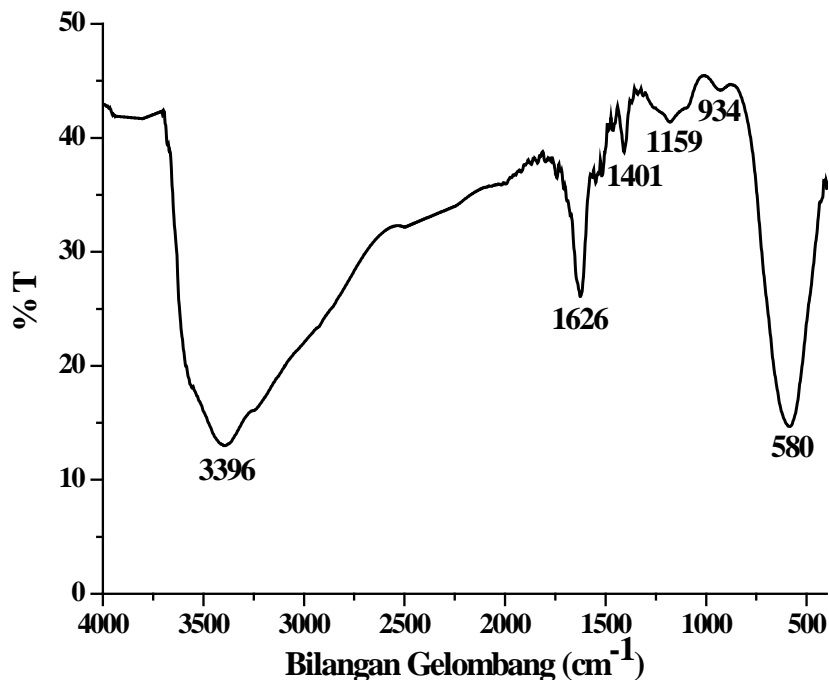


Pada sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel, yang diamati adalah pengaruh konsentrasi HCl dalam larutan. Larutan HCl ini berfungsi sebagai larutan elektrolit pada sel elektrolisis. Senyawa HCl terionisasi menjadi ion  $\text{H}^+$  dan  $\text{Cl}^-$ . Elektroda di katoda, yang direduksi adalah  $\text{H}_2\text{O}$  menghasilkan ion  $\text{OH}^-$  dan gas  $\text{H}_2$ . Sedangkan pada anoda, Ion klorida dapat mengaktifkan terlarutnya logam di anoda (Husna, 2011), yaitu  $\text{Sn}^0$  yang teroksidasi menjadi  $\text{Sn}^{4+}$ .

#### 4.2 Hasil Analisis FTIR

$\text{SnO}_2$  nanopartikel yang dihasilkan dari elektrolisis pada konsentrasi HCl 0,06 M dengan potensial 60 volt berupa koloid kuning yang berubah menjadi

endapan berwarna putih. Endapan tersebut dipisahkan dari larutan kemudian dipanaskan pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam. Serbuk yang diperoleh setelah pemanasan tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui komposisi apa saja yang terkandung didalamnya. Spektrum  $\text{SnO}_2$  nanopartikel ditunjukkan pada gambar 4.1.



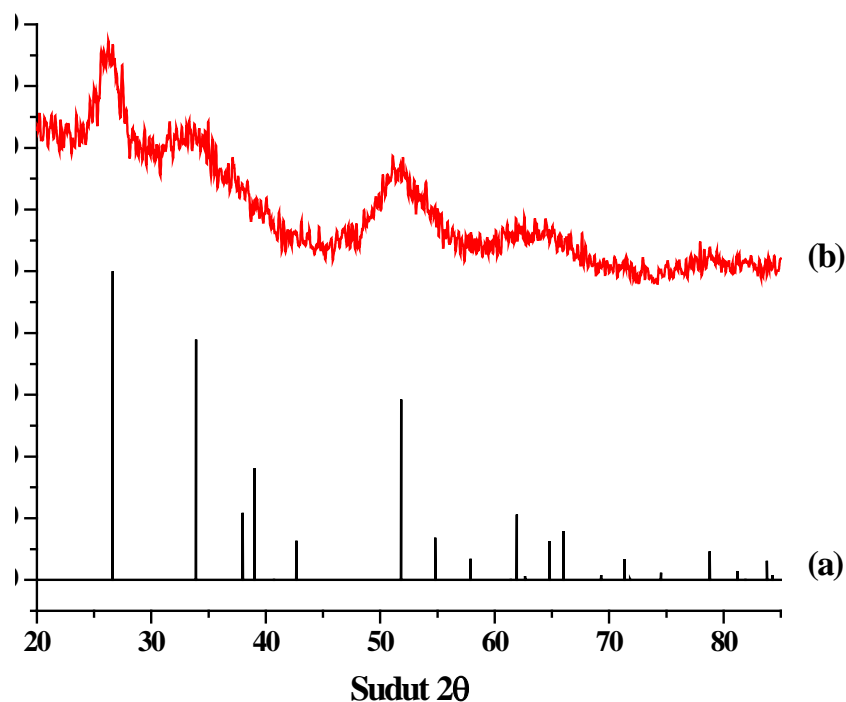
Gambar 4.1 Spektrum FTIR  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel

Gambar 4.1 menunjukkan spektrum FTIR pada  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Puncak serapan pada  $3396\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur (*stretching vibration*) pada gugus OH, puncak pada  $1626\text{ cm}^{-1}$  memperlihatkan adanya vibrasi tekuk (*bending vibration*) dari molekul air yang terserap dan puncak pada  $934\text{ cm}^{-1}$  menggambarkan permukaan oksigen dengan logam Sn (Sn-O). Puncak serapan ini memiliki kemiripan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Davar (2010). Pada bilangan gelombang  $1401\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk (*bending vibrations*) H-O-H dalam air (Ibarguen, 2007). Sedangkan serapan pada puncak  $1159\text{ cm}^{-1}$  sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Gondal (2010) yang mengindikasikan adanya vibrasi dari jenis yang berbeda pada permukaan gugus hidroksil. Vibrasi antisimetri Sn-O muncul di daerah  $400 - 700\text{ cm}^{-1}$ , pada

penelitian ini terdapat puncak pada  $580\text{ cm}^{-1}$ . Dengan adanya vibrasi seperti ini dalam sampel yang disintesis menegaskan adanya  $\text{SnO}_2$ .

#### 4.3 Hasil Analisis XRD

Pola *X-ray diffraction* serbuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang disintesis dengan metode elektrokimia ditunjukkan pada gambar 4.2. Pengamatan pada pola XRD yang dihasilkan menunjukkan beberapa puncak kuat, diantaranya (110), (101), (200), (211), (310), (112), (202) dan (321) pada sudut  $2\theta$ . Hasil Ini menunjukkan kesesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh Gondal (2010). Tiga puncak tajam, yakni (110), (101), dan (211) pada  $\text{SnO}_2$  nanopartikel diidentifikasi pada sudut  $2\theta$  adalah  $26,58^\circ$ ,  $33,39^\circ$  dan  $52,04^\circ$ . Puncak difraksi sesuai dengan pola difraksi standar  $\text{SnO}_2$  yang menunjukkan bahwa  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang diperoleh memiliki struktur tetragonal. Ini berarti  $\text{SnO}_2$  dengan struktur tetragonal telah diperoleh dengan metode elektrokimia.



Gambar 4.2 Spektra XRD (a)  $\text{SnO}_2$  Standar (b)  $\text{SnO}_2$  yang Disintesis dengan Metode Elektrokimia

#### 4.4 Sintesis SnO<sub>2</sub> Nanopartikel

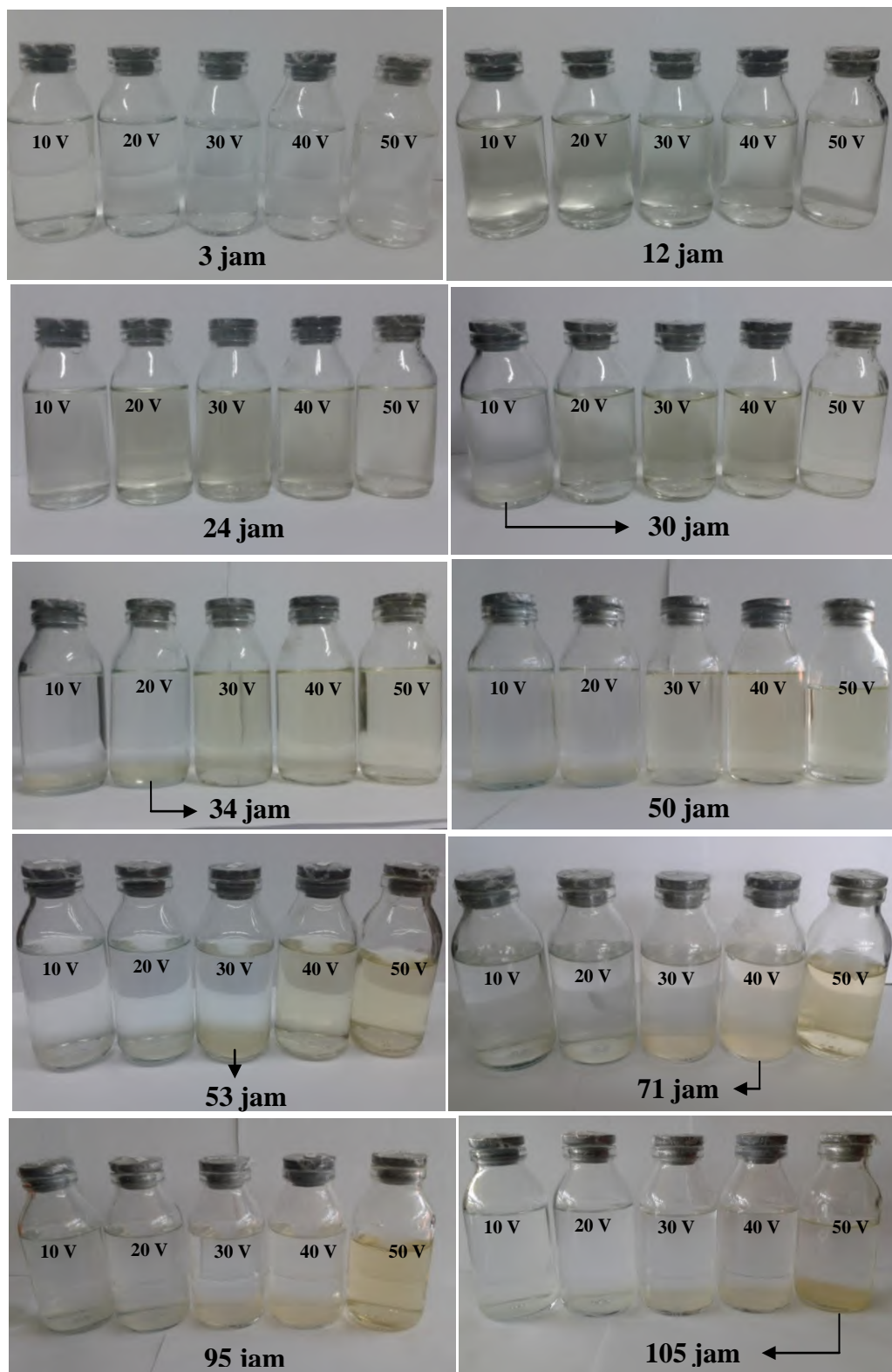
Pada elektrolisis logam timah murni, dihasilkan larutan tak berwarna dan dengan bertambahnya waktu, larutan tersebut mengalami perubahan warna menjadi koloid kuning muda kemudian kuning pekat dan mengalami kekeruhan lalu membentuk endapan kuning dan dalam rentangan waktu tertentu, endapan tersebut berubah warna menjadi putih. Penentuan panjang gelombang optimum dari SnO<sub>2</sub> nanopartikel dapat digunakan spektrofotometer pada daerah UV.

##### A. Pengaruh Potensial

Pada sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel, yang pertama kali diamati adalah pengaruh potensial terhadap larutan. Pengamatan dilakukan pada potensial 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90 dan 100 V. Konsentrasi HCl dibuat tetap, yaitu 0,02 M. Potensial berpengaruh terhadap nanopartikel yang diperoleh karena potensial berperan sebagai parameter pengontrol pada tekanan elektron yang menyebabkan spesi kimia mengalami penambahan atau pengurangan elektron (reduksi atau oksidasi) (Wang, 2006).

Potensial yang digunakan dinaikkan dari potensial terkecil yaitu 10 volt hingga 100 volt dengan rentang 10 volt. Pembahasan ini dimulai dari potensial terkecil, yaitu 10 volt. Sintesis logam timah dengan HCl 0,02 M pada potensial 10 volt, selama proses elektrolisis berlangsung dalam waktu 15 menit, reaksi yang terjadi sangat lambat. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan dalam jumlah yang sedikit terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda terdapat sedikit gelembung gas yang menempel di permukaannya. Larutan SnO<sub>2</sub> nanopartikel tidak menunjukkan perubahan warna. Setelah proses elektrolisis dihentikan, elektroda pada anoda mengalami pengurangan massa dan elektroda pada katoda mengalami penambahan massa. Pada jam ke-30, terjadi pengendapan pada larutan dan endapan yang dihasilkan berwarna putih sebagaimana pengamatan pada gambar 4.3. Ini menunjukkan bahwa potensial 10 volt mampu mengubah logam timah (Sn<sup>0</sup>) menjadi ion (Sn<sup>4+</sup>) dalam jumlah yang sedikit sehingga hanya sedikit Sn<sup>0</sup> yang dapat teroksidasi menjadi ion Sn<sup>4+</sup> yang berupa SnO<sub>2</sub> nanopartikel.





Gambar 4.3 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel Menggunakan Konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M pada Potensial 10 – 50 V

Sintesis logam timah dengan HCl 0,02 M pada potensial 20 volt, hampir sama dengan sintesis sebelumnya yakni 10 volt. Selama proses elektrolisis berlangsung dalam waktu 15 menit, reaksi yang terjadi sangat lambat. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan dalam jumlah yang sedikit terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda terdapat sedikit gelembung gas yang menempel di permukaannya. Larutan SnO<sub>2</sub> nanopartikel tidak menunjukkan perubahan warna. Setelah proses elektrolisis dihentikan, elektroda pada anoda mengalami pengurangan massa dan katoda mengalami penambahan massa. Dalam rentang waktu yang lebih lama dari sintesis sebelumnya yakni 34 jam, terjadi pengendapan pada larutan dan endapan yang dihasilkan berwarna putih sebagaimana pengamatan pada gambar 4.3. Ini berarti potensial 10 volt yang digunakan mampu mengubah logam timah (Sn<sup>0</sup>) menjadi ion (Sn<sup>4+</sup>) dalam jumlah yang sedikit sehingga hanya sedikit Sn<sup>0</sup> yang dapat teroksidasi menjadi ion Sn<sup>4+</sup> yang berupa SnO<sub>2</sub> nanopartikel.

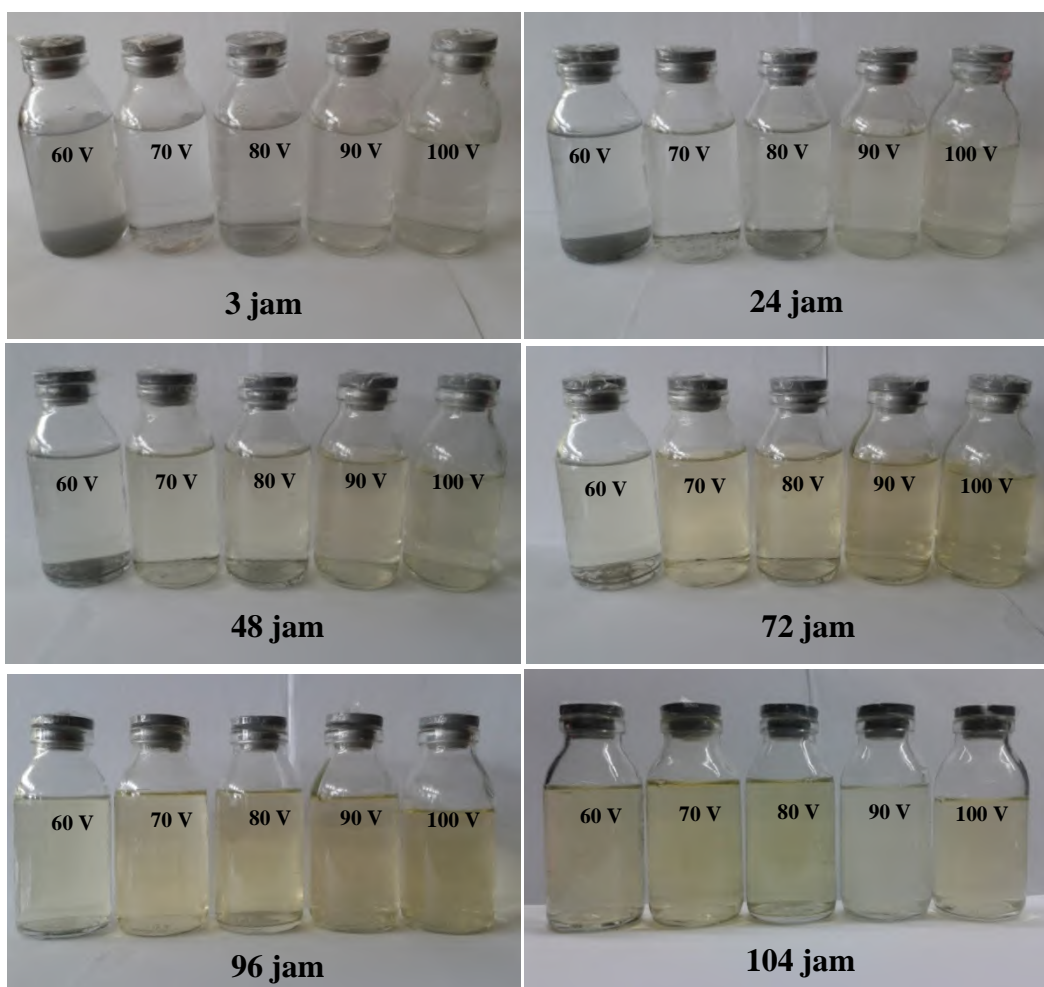
Gambar 4.3 menunjukkan adanya perubahan warna larutan setelah proses sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel potensial 30 volt dengan konsentrasi HCl 0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi lebih cepat dari proses elektrolisis pada potensial 20 volt. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel dalam jumlah yang lebih banyak dari sebelumnya, sedangkan elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda pada jam ke-30 hingga jam ke-50. Namun pada suhu kamar, koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel ini pada waktu 53 jam membentuk endapan kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Ini menunjukkan bahwa potensial 30 volt dapat mempercepat logam timah (Sn<sup>0</sup>) berubah menjadi ion Sn<sup>4+</sup> dari pada potensial 20 volt. Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama dan pada kondisi ini mampu membentuk SnO<sub>2</sub> nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak dari kondisi sintesis sebelumnya.

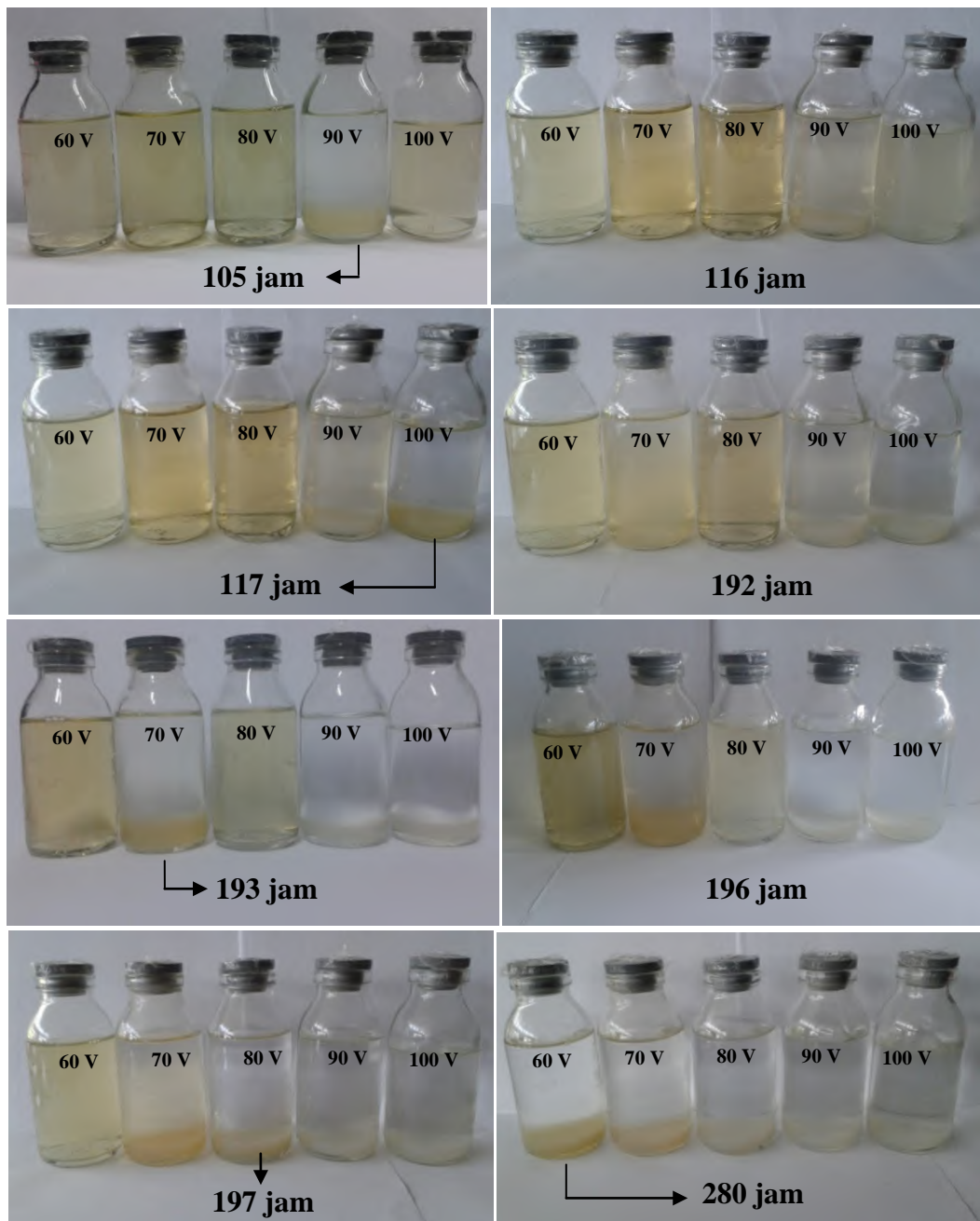
Hal ini juga dapat dilihat dari semakin banyaknya massa timah yang berkurang di elektroda anoda.

Gambar 4.3 menunjukkan adanya perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel pada potensial 40 volt dengan konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi lebih cepat dari proses elektrolisis pada potensial 30 volt. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel dalam jumlah yang lebih banyak dari sintesis sebelumnya, sedangkan elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar 4.3 diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-30 hingga jam ke-53. Namun pada suhu kamar, koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel ini pada jam ke-71 membentuk endapan kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Ini menunjukkan bahwa potensial 40 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  dari pada potensial 30 volt. Koloid timah nanopartikel dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama dan pada kondisi ini mampu membentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak dari kondisi sintesis sebelumnya. Hal ini juga dapat dilihat dari semakin banyaknya massa timah yang berkurang di elektroda anoda.

Gambar 4.3 menunjukkan koloid timah nanopartikel dapat bertahan lebih lama dari sintesis sebelumnya, yakni dengan menggunakan potensial 50 volt dengan konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi lebih cepat dari proses elektrolisis pada potensial 40 volt. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel dalam jumlah yang lebih banyak dari sintesis sebelumnya, sedangkan elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-30 hingga jam ke-95. Namun pada suhu kamar, koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel ini pada jam ke-105 membentuk endapan kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan

waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Ini menunjukkan bahwa potensial 50 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  dari pada potensial 40 volt. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama dan pada kondisi ini timah yang terlarut lebih banyak (berkurangnya massa elektroda di anoda) sehingga mampu membentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak dari kondisi sintesis sebelumnya.





Gambar 4.4 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel Menggunakan Konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M pada Potensial 60 – 100 V

Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel pada potensial 60 volt dengan konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi sangat cepat jika dibandingkan dengan proses elektrolisis pada potensial yang lain. Logam timah

pada elektroda anoda habis bereaksi sedangkan elektroda pada katoda semakin banyak jumlah serbuk timah yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-72 dan berubah warna menjadi menjadi lebih pekat pada jam ke-192 hingga dibawah jam ke-240 lalu pada jam ke-240 mengalami kekeruhan hingga jam ke-280 terjadi pengendapan. Ini menunjukkan bahwa potensial 60 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  dari pada potensial 50 volt. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama dan pada kondisi ini timah yang terlarut lebih banyak (berkurangnya massa elektroda di anoda) sehingga mampu membentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak dari kondisi sintesis yang lainnya.

Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel pada potensial 70 volt dengan konsentrasi HCl 0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi lebih lambat jika dibandingkan dengan proses elektrolisis pada potensial 60 volt. Logam timah pada elektroda anoda habis bereaksi sedangkan elektroda pada katoda semakin banyak jumlah serbuk timah yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-48 dan berubah warna menjadi menjadi lebih pekat pada jam ke-116 hingga dibawah jam ke-192 jam lalu pada jam ke-192 mengalami kekeruhan hingga jam ke-193 terjadi pengendapan. Ini menunjukkan bahwa potensial 70 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  namun lebih lambat jika dibandingkan dengan potensial 60 volt. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel tidak dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama jika dibandingkan dengan sintesis sebelumnya.

Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel pada potensial 80 volt dengan konsentrasi HCl 0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi sangat cepat jika dibandingkan dengan proses elektrolisis sebelumnya. Logam timah pada elektroda anoda habis bereaksi sedangkan elektroda pada katoda semakin banyak jumlah

serbuk timah yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-48 dan berubah warna menjadi lebih pekat pada jam ke-116 hingga jam ke-192 lalu mengalami kekeruhan pada jam ke-192 hingga jam ke-197 kemudian terjadi pengendapan. Ini menunjukkan bahwa potensial 80 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  dari pada potensial 70 volt. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama dan pada kondisi ini timah yang terlarut lebih banyak (berkurangnya massa elektroda di anoda) sehingga mampu membentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak dari kondisi sintesis sebelumnya.

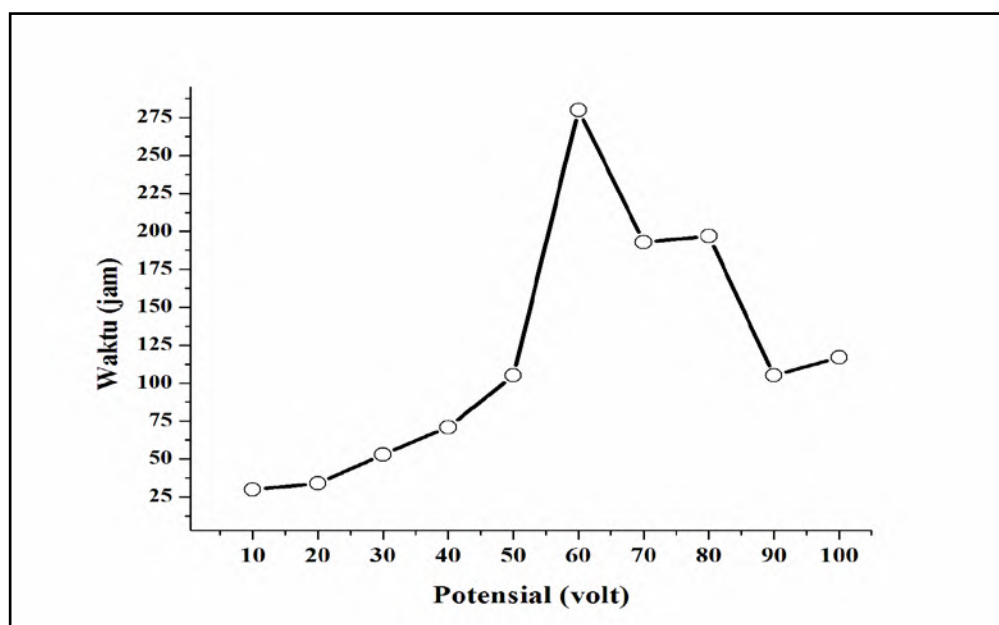
Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel pada potensial 90 volt dengan konsentrasi HCl 0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi lebih lambat jika dibandingkan dengan proses elektrolisis pada potensial 80 volt. Logam timah pada elektroda anoda habis bereaksi sedangkan elektroda pada katoda semakin banyak jumlah serbuk timah yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-48 hingga jam ke-96 lalu mengalami kekeruhan pada jam ke-104 kemudian pada jam ke-105 terjadi pengendapan. Ini menunjukkan bahwa potensial 90 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  namun lebih lambat jika dibandingkan dengan potensial 80 volt. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel tidak dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama jika dibandingkan dengan sintesis sebelumnya.

Potensial 100 volt adalah potensial maksimum yang digunakan dalam sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel pada potensial 100 volt dengan konsentrasi HCl 0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi yang terjadi sangat cepat jika dibandingkan dengan proses elektrolisis sebelumnya. Logam timah pada elektroda anoda habis bereaksi sedangkan elektroda pada katoda semakin banyak jumlah serbuk timah yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna



menjadi kuning muda ditunjukkan pada jam ke-48 hingga jam ke-96 lalu mengalami kekeruhan pada jam ke-116 kemudian pada jam ke-117 terjadi pengendapan. Ini menunjukkan bahwa potensial 100 volt dapat mempercepat logam timah ( $\text{Sn}^0$ ) berubah menjadi ion  $\text{Sn}^{4+}$  dari pada potensial 90 volt. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dapat bertahan dalam waktu yang lebih lama dan pada kondisi ini timah yang terlarut lebih banyak (berkurangnya massa elektroda di anoda) sehingga mampu membentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak dari kondisi sintesis sebelumnya.

Pada gambar 4.3 dan 4.4 menunjukkan bahwa setiap potensial yang digunakan untuk elektrolisis mempengaruhi waktu terbentuknya endapan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Semakin besar potensial yang digunakan untuk elektrolisis, maka semakin lama proses terbentuknya koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel menjadi endapan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel, kondisi elektrolisis yang menunjukkan waktu terbentuknya endapan paling lama adalah pada potensial 60 volt. Hal ini dapat dilihat pada grafik waktu yang dibutuhkan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel mengendap saat sintesis dengan  $\text{HCl}$  0,02 M pada potensial 10 – 100 volt yang disajikan dalam gambar 4.5.



Gambar 4.5 Grafik Waktu yang Dibutuhkan  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel Mengendap saat Sintesis dengan  $\text{HCl}$  0,02 M pada Potensial 10 – 100 Volt



Potensial optimum dalam penelitian ini diperoleh pada potensial 60 volt. Logam timah pada elektroda anoda mengalami pengurangan massa yang paling besar jika dibandingkan dengan sintesis pada potensial yang lain. Potensial yang digunakan dalam sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel berpengaruh terhadap banyaknya logam timah yang terlarut. Hal ini dikarenakan potensial berperan sebagai parameter pengontrol pada tekanan elektron yang menyebabkan spesi kimia mengalami penambahan atau pengurangan elektron (reduksi atau oksidasi) (Wang, 2006).

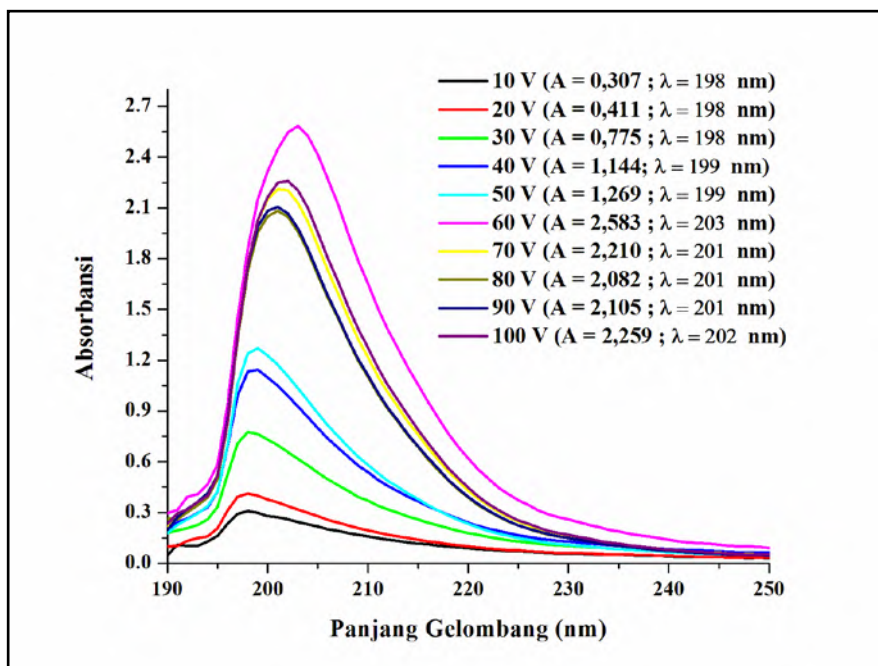
Semakin besar potensial yang digunakan maka semakin banyak pula logam timah yang terlarut. Hal ini sesuai dengan persamaan  $E = I \cdot R$ . Persamaan tersebut menyatakan bahwa semakin besar potensial maka arus listrik yang dihasilkan akan semakin banyak dan arus listrik juga berbanding lurus dengan massa logam anoda yang teroksidasi menjadi ion karena ion hanya akan terbentuk di bawah pengaruh medan listrik yang mengalir melalui larutan (Kavan et al, 1993). Tabel 4.1 menunjukkan massa logam timah yang terlarut dari sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel pada pengaruh potensial.

Tabel 4.1 Massa Logam Timah yang Terlarut dalam Koloid SnO<sub>2</sub> Nanopartikel saat Sintesis dengan HCl 0,02 M pada Potensial 10 – 100 Volt

Potensial (V)	Massa Sn (g)
10	0,0171
20	0,0210
30	0,0338
40	0,0399
50	0,0822
60	0,1785
70	0,0835
80	0,1383
90	0,1846
100	0,1668

Perubahan warna koloid setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang disintesis dengan berbagai potensial menyebabkan hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis juga berbeda. Hasil spektra UV-Vis disajikan pada gambar 4.6.

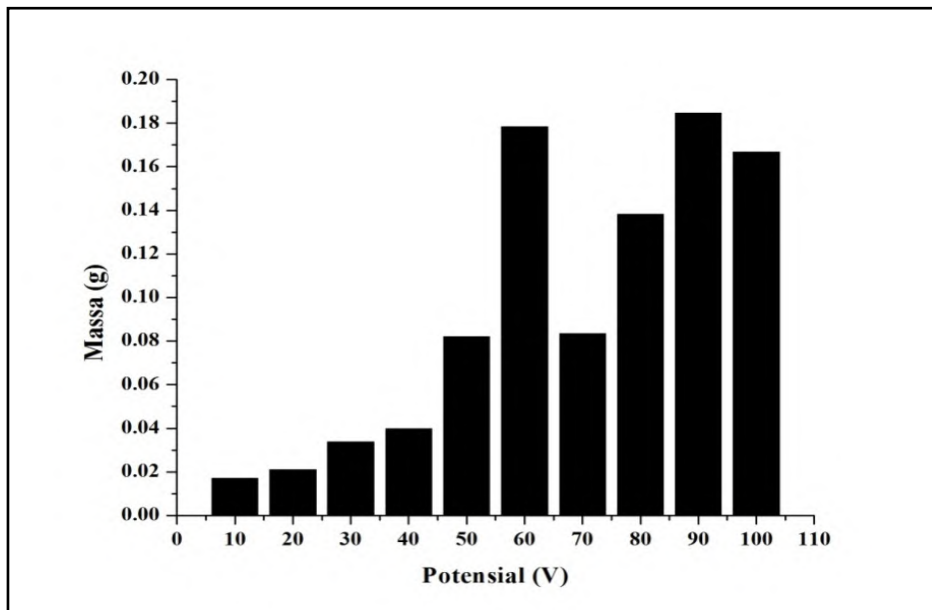
Pada gambar 4.6 tampak bahwa potensial yang digunakan dalam sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel berpengaruh terhadap nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum. Ini berarti potensial berpengaruh terhadap jumlah timah nanopartikel yang terbentuk. Dapat diketahui bahwa semakin besar potensial yang digunakan untuk elektrolisis diperoleh koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang mempunyai nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum yang lebih besar. Ini mengindikasikan jumlah  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang ada di dalam koloid semakin banyak. Kondisi optimum dalam pengamatan pengaruh potensial terjadi pada potensial 60 volt dengan absorbansi 2,583 dan panjang gelombang maksimum 203 nm.



Gambar 4.6 Spektra UV-Vis Koloid  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel yang Disintesis dengan Konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M pada berbagai Potensial

Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang dihasilkan dengan menggunakan konsentrasi  $\text{HCl}$  0,02 M pada potensial 60 volt, jumlah timah nanopartikel yang

terbentuk paling banyak dibandingkan konsentrasi lainnya. Dengan kenaikan potensial yang lebih tinggi dari 60 volt, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel semakin turun karena nanopartikel yang terbentuk semakin sedikit. Banyaknya logam timah yang terlarut dalam koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel disajikan dalam gambar 4.7.



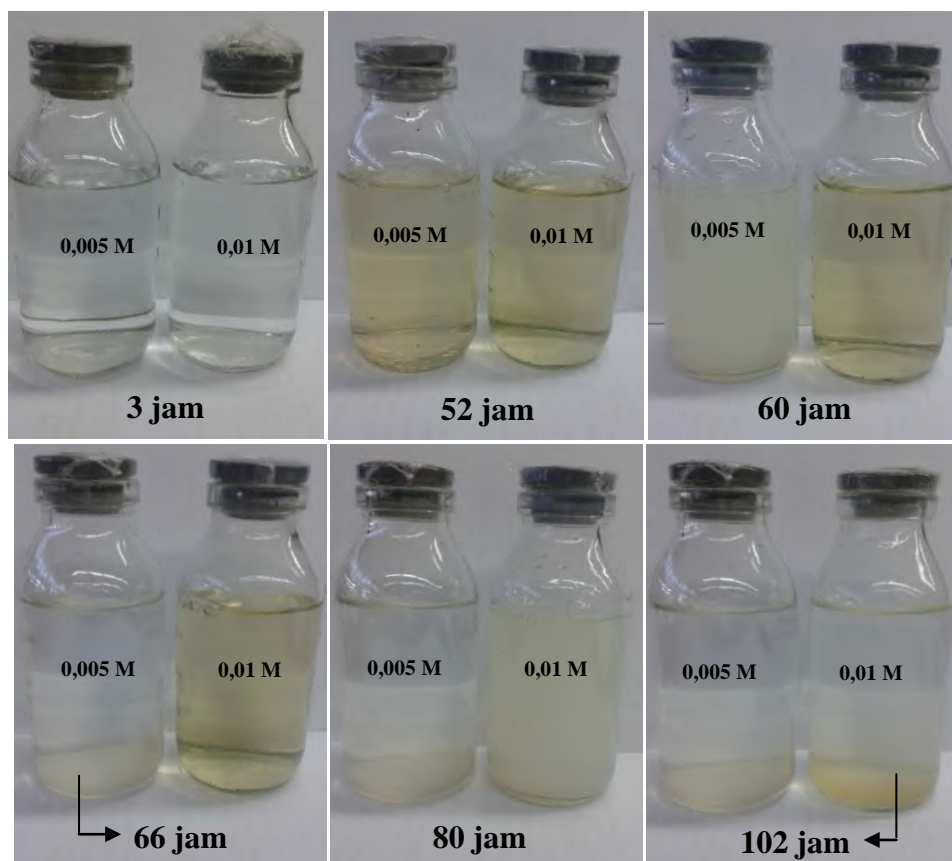
Gambar 4.7 Massa Timah yang Terlarut dalam Koloid  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel saat Sintesis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 10 – 100 Volt

Berdasarkan pembahasan sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dengan pengamatan pengaruh potensial, pada tahap sintesis selanjutnya akan digunakan potensial 60 volt dengan variasi konsentrasi larutan HCl.

#### A. Pengaruh Konsentrasi HCl

Setelah diamati pengaruh potensial dalam sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel dari logamnya pada konsentrasi HCl yang dibuat tetap yakni 0,02 M, potensial optimum yang didapatkan adalah potensial 60 volt. Tahap selanjutnya adalah dilakukan pengamatan terhadap pengaruh konsentrasi HCl. Pengamatan dilakukan pada potensial yang dibuat tetap yakni 60 volt dengan variasi konsentrasi HCl 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 dan 0,06 M. Larutan HCl ini berfungsi sebagai

larutan elektrolit. Senyawa HCl terionisasi menjadi ion  $H^+$  dan ion  $Cl^-$ . Ion klorida dapat mengaktifkan terlarutnya logam di anode (Husna, 2011), yaitu  $Sn^0$  yang teroksidasi menjadi  $Sn^{4+}$ . Setelah proses sintesis, diamati perubahan warna yang terjadi pada larutan. Perubahan warna larutan setelah proses elektrolisis sintesis  $SnO_2$  nanopartikel dengan pengamatan terhadap konsentrasi HCl disajikan pada gambar 4.8.

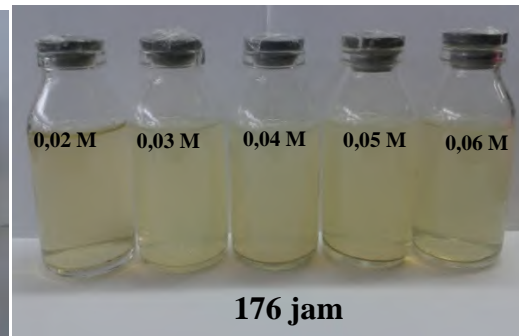
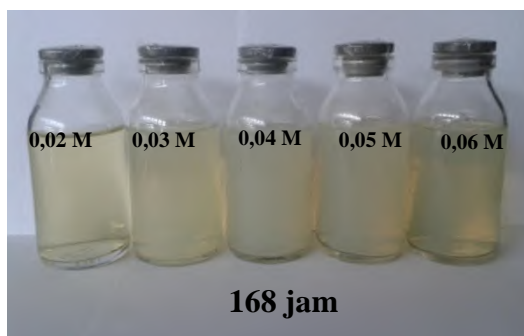
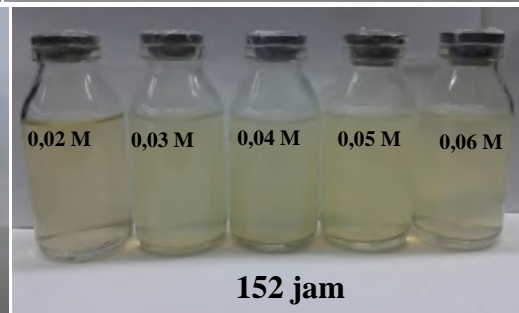
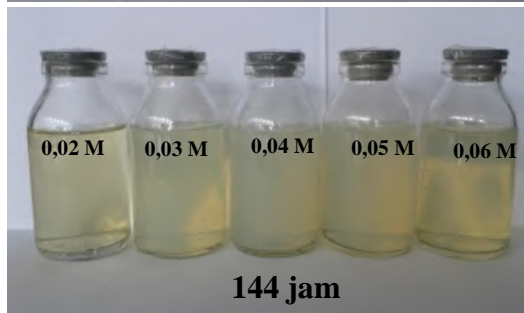
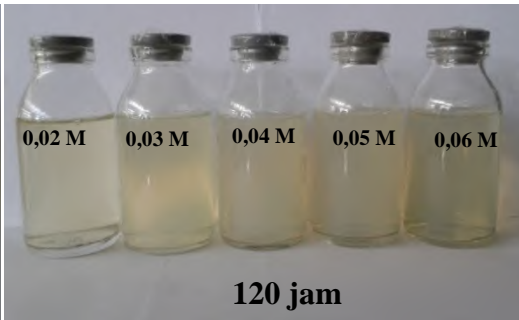
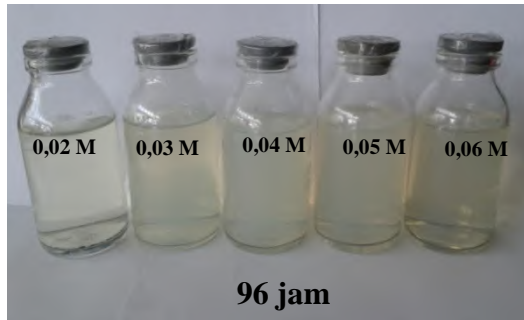
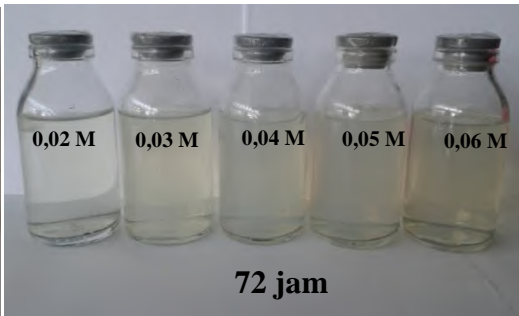
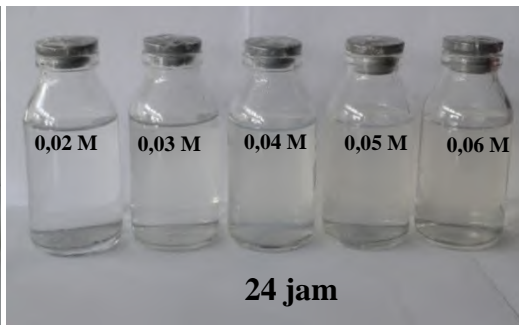
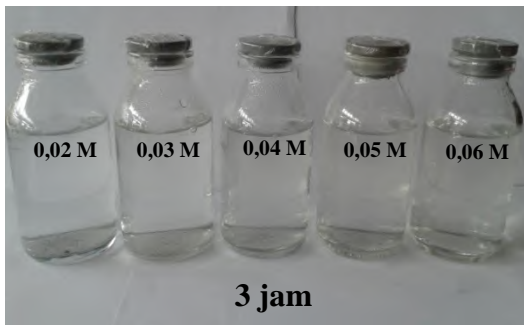


Gambar 4.8 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis  $SnO_2$  Nanopartikel Menggunakan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 - 0,01 M

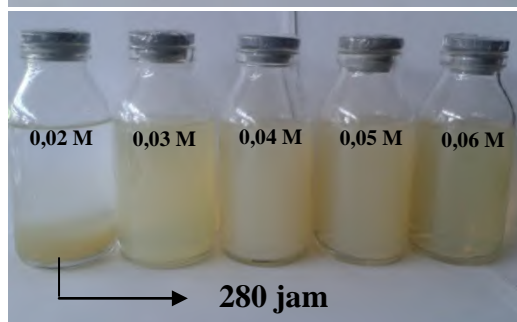
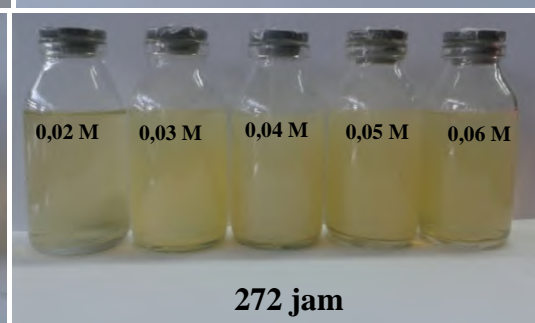
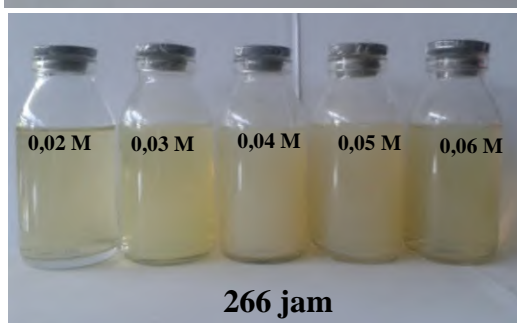
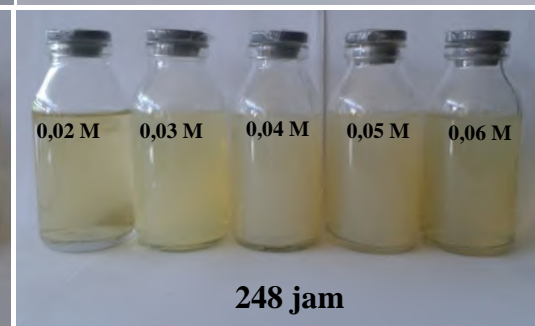
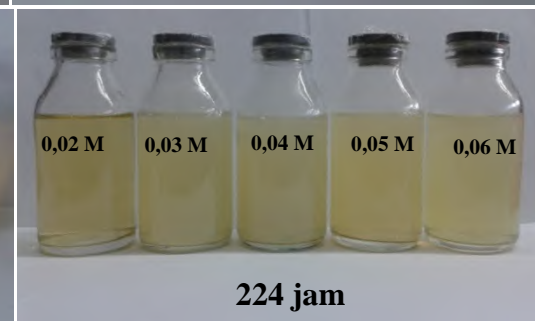
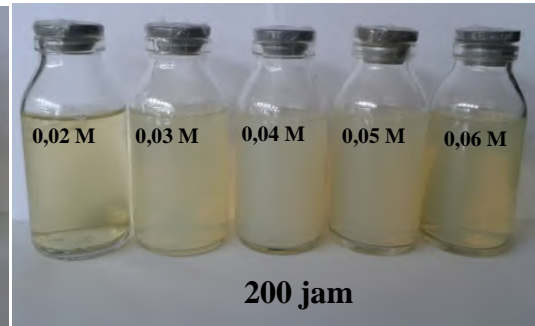
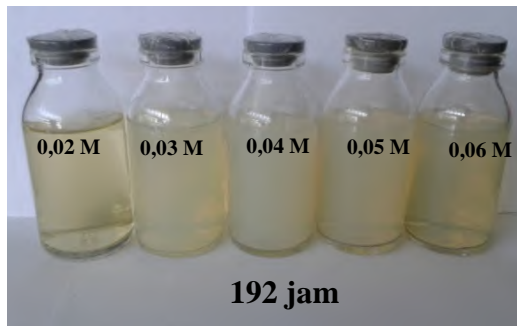
Pada gambar 4.8 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $SnO_2$  nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi HCl 0,005 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi secara cepat. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan

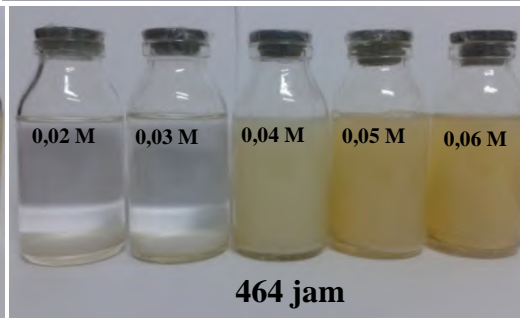
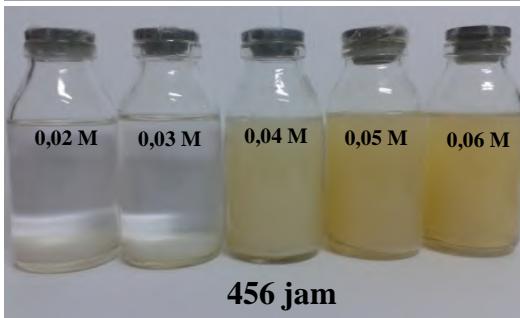
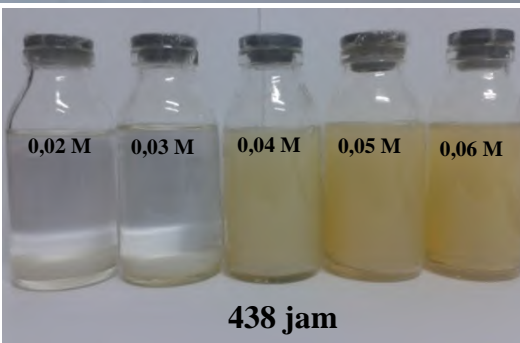
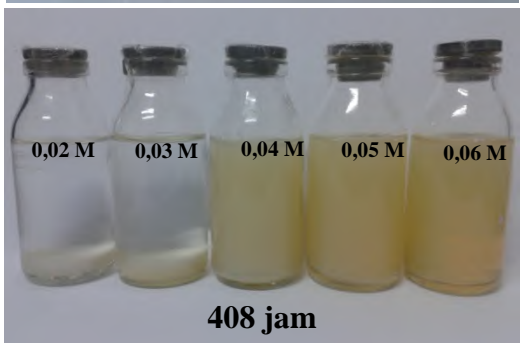
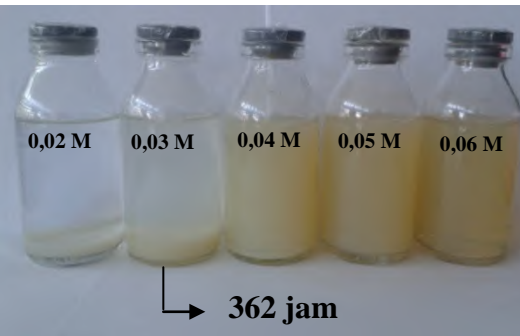
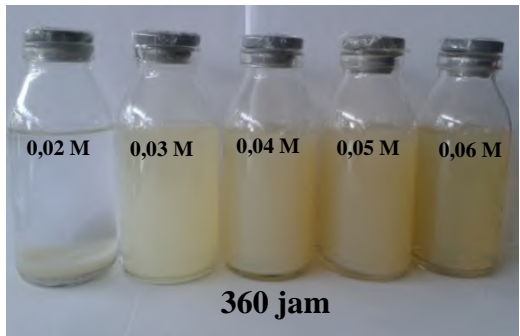
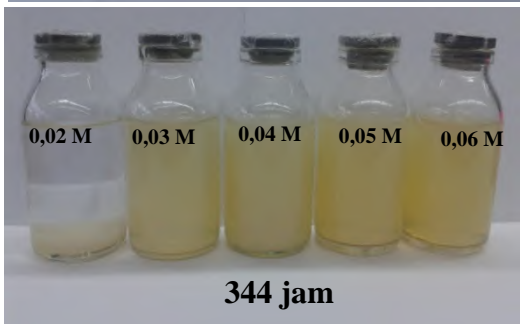
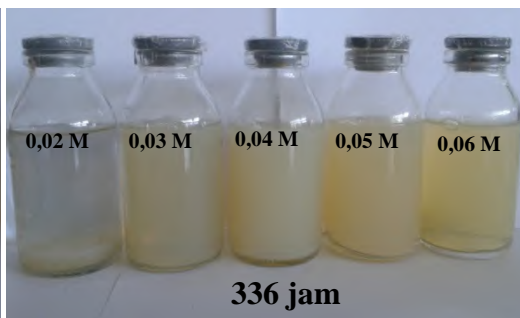
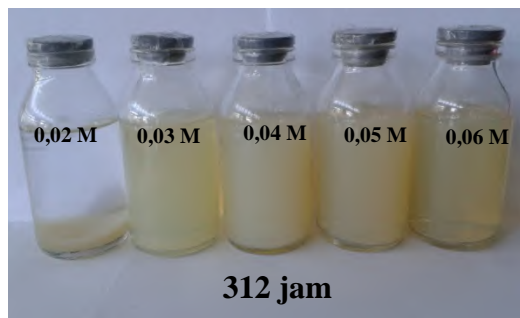
pada gambar tersebut diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda pada jam ke-32 hingga jam ke-56, kemudian berubah menjadi keruh pada jam ke-60, lalu koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel ini pada jam ke-66 mengalami pengendapan. Endapan koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel berwarna kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Perubahan warna yang terjadi mengindikasikan telah terbentuk SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 0,539 pada panjang gelombang 198 nm. Nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum berhubungan dengan jumlah SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang ada pada koloid. Nilai absorbansi yang kecil tersebut relatif menunjukkan SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang dihasilkan juga sedikit (Gupta, 2010).

Pada gambar 4.8 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi HCl 0,01 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi lebih cepat dari sintesis sebelumnya. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi kuning muda pada jam ke-32 hingga jam ke-96, kemudian berubah menjadi keruh pada jam ke-100, lalu koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel ini pada jam ke-102 mengalami pengendapan. Endapan koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel berwarna kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Perubahan warna yang terjadi mengindikasikan telah terbentuk SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 1,384 pada panjang gelombang 199 nm.

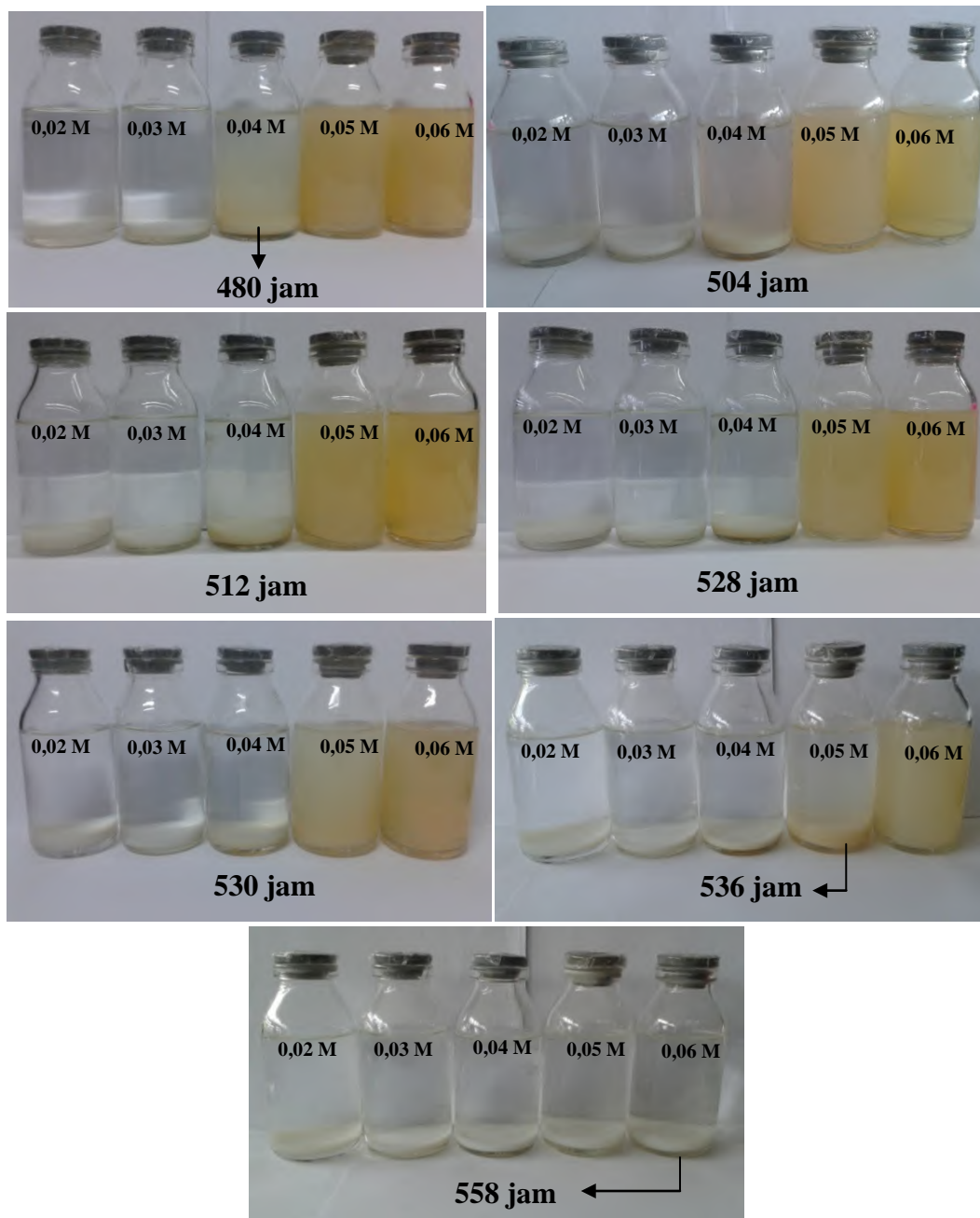












Gambar 4.9 Perubahan Warna Larutan setelah Proses Sintesis SnO<sub>2</sub> Nanopartikel Menggunakan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,02 - 0,06 M

Pada gambar 4.9 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi HCl 0,02 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi lebih cepat dari sintesis sebelumnya. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan

elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda habis bereaksi dan menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel mengalami perubahan warna pada jam ke-72 hingga 272 dan terjadi pengendapan pada jam ke-280. Endapan koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel berwarna kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Perubahan warna yang terjadi mengindikasikan telah terbentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 2,583 pada panjang gelombang 203 nm. Nilai absorbansi yang meningkat dari sintesis sebelumnya menunjukkan bahwa  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang dihasilkan semakin banyak. Ini berarti dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan dapat mempengaruhi larutnya timah saat bereaksi (Mendes, 2012).

Pada gambar 4.9 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi HCl 0,03 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi lebih cepat dari sintesis sebelumnya. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda habis bereaksi dan menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel mengalami perubahan warna pada jam ke-72 hingga 362 dan terjadi pengendapan pada jam ke-370. Endapan koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel berwarna kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Perubahan warna yang terjadi mengindikasikan telah terbentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 2,663 pada panjang gelombang 203 nm. Nilai absorbansi yang meningkat dari sintesis sebelumnya menunjukkan bahwa  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang dihasilkan semakin banyak. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang dihasilkan membutuhkan waktu yang

lebih lama untuk mengalami pengendapan, hal ini menandakan bahwa semakin besar konsentrasi HCl yang digunakan, proses pembentukan koloid akan menjadi semakin lama dan konsentrasi elektrolit yang rendah mempengaruhi cepatnya proses pembentukan koagulasi (Nowicki, 2015).

Pada gambar 4.9 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis timah nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi HCl 0,04 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi lebih cepat dari sintesis sebelumnya. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda habis bereaksi dan menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel mengalami perubahan warna pada jam ke-48 dan terjadi pengendapan pada jam ke-480. Waktu terbentuknya endapan dari sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel pada kondisi ini membutuhkan waktu yang lebih lama dari sintesis sebelumnya. Endapan koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel berwarna kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Perubahan warna yang terjadi mengindikasikan telah terbentuk SnO<sub>2</sub> nanopartikel. Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 3,051 pada panjang gelombang 207 nm. Nilai absorbansi yang meningkat dari sintesis sebelumnya menunjukkan bahwa SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang dihasilkan semakin banyak.

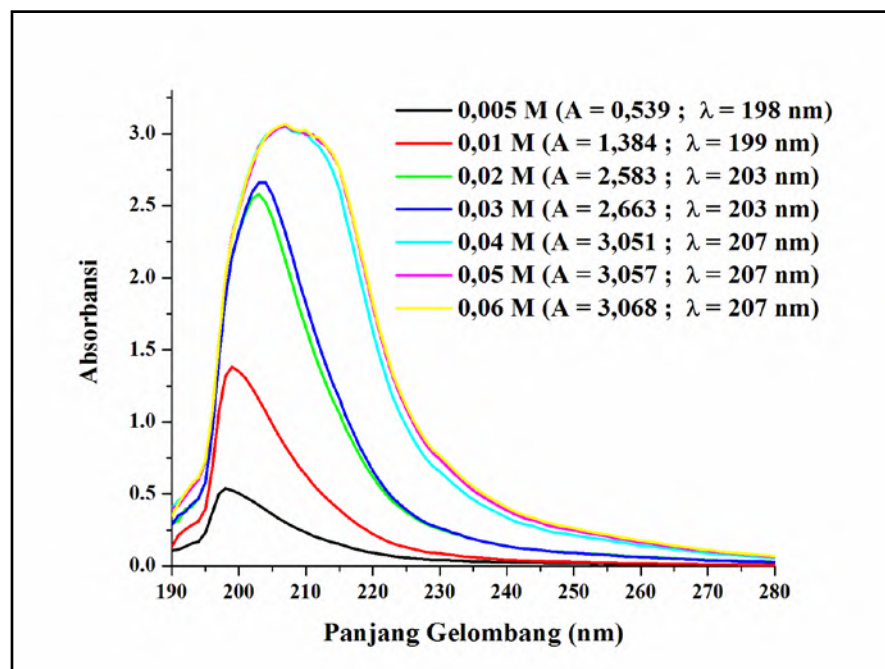
Pada gambar 4.9 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis timah nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi HCl 0,05 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi lebih cepat dari sintesis sebelumnya. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda habis bereaksi dan menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel mengalami perubahan warna pada jam ke-24 dan terjadi pengendapan pada jam ke-536. Perubahan warna yang ditunjukkan pada kondisi

ini terjadi lebih cepat dan waktu terbentuknya endapan dari sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel membutuhkan waktu yang lebih lama dari sintesis sebelumnya. Endapan koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel berwarna kuning dan jika dibiarkan dalam rentangan waktu tertentu maka endapan tersebut akan berubah warna menjadi putih. Perubahan warna yang terjadi mengindikasikan telah terbentuk  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 3,057 pada panjang gelombang 207 nm. Nilai absorbansi dan panjang gelombang yang dihasilkan mengalami sedikit peningkatan jika dibandingkan dengan sintesis sebelumnya, hal ini menunjukkan bahwa  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang dihasilkan lebih banyak.

Pada gambar 4.9 menunjukkan perubahan warna larutan setelah proses sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel potensial 60 volt dengan konsentrasi  $\text{HCl}$  0,06 M dalam waktu 15 menit proses elektrolisis, reaksi terjadi lebih cepat dari sintesis sebelumnya. Elektroda di katoda menghasilkan gelembung gas pada permukaan elektroda dan terdapat serbuk timah yang menempel, sedangkan elektroda di anoda habis bereaksi dan menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel di permukaannya. Dari hasil pengamatan pada gambar tersebut diketahui koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel mengalami perubahan warna pada jam ke-24 dan terjadi pengendapan pada jam ke-558. Waktu terbentuknya endapan dari sintesis  $\text{SnO}_2$  nanopartikel membutuhkan waktu yang paling lama dari sintesis sebelumnya. Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 3,068 pada panjang gelombang 207 nm. Nilai absorbansi dan panjang gelombang yang dihasilkan merupakan nilai optimum yang didapat pada penelitian ini. Hal ini menunjukkan bahwa ion  $\text{Cl}^-$  dapat mempercepat proses oksidasi logam anoda menjadi ionnya, yaitu  $\text{Sn}^0$  menjadi  $\text{Sn}^{4+}$ . Nilai pada panjang gelombang ini merupakan panjang gelombang optimum yang didapat, Husna (2011) menyatakan bahwa panjang gelombang berhubungan dengan ukuran nanopartikel yang diperoleh, hal ini berarti  $\text{SnO}_2$  nanopartikel yang diperoleh dari

sintesis menggunakan konsentrasi HCl 0,06 M mempunyai ukuran yang lebih besar dari pada sintesis dengan konsentrasi HCl yang lain.

Dari gambar 4.8 dan 4.9 menunjukkan bahwa jumlah HCl yang digunakan dalam sintesis berpengaruh terhadap jumlah SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh. Hal tersebut diketahui dari hasil pengukuran nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengamatan pada panjang gelombang maksimum disajikan pada gambar 4.10.



Gambar 4.10 Spektra UV-Vis Koloid SnO<sub>2</sub> Nanopartikel yang Disintesis dengan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M

Dari gambar 4.10 menunjukkan spektra UV-Vis koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel pada sintesis dengan pengamatan pengaruh konsentrasi HCl. Semua spektra menunjukkan pola puncak yang sama, ini menandakan bahwa distribusi ukuran pada SnO<sub>2</sub> nanopartikel ditentukan dari jenis konsentrasi yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan akan berpengaruh pada pertumbuhan partikel oleh pembentukan banyak ion. Terbentuknya ion yang terlalu banyak akan menyebabkan kemampuan permukaan partikel tidak dapat menghambat terjadinya aglomerasi partikel yang dihasilkan. Larutan mungkin tidak stabil dan tumbuh dengan proses koagulasi menjadi partikel yang lebih

besar. (Budipramana, 2014). Berdasarkan penelitian Link (1999) menunjukkan adanya hubungan antara panjang gelombang dengan ukuran partikel yang diperoleh. Besarnya panjang gelombang yang ditunjukkan pada spektra UV-Vis berarti bahwa sintesis menggunakan konsentrasi HCl yang lebih besar akan mengalami pergeseran panjang gelombang yang lebih besar.

Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang dihasilkan dengan konsentrasi HCl 0,06 M mempunyai nilai absorbansi paling tinggi pada panjang gelombang maksimum. Hal ini berarti dengan menggunakan konsentrasi HCl 0,06 M, jumlah SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang terbentuk paling banyak dibandingkan konsentrasi lainnya. Dengan perubahan konsentrasi HCl, jumlah nanopartikel yang terbentuk juga mengalami perubahan.

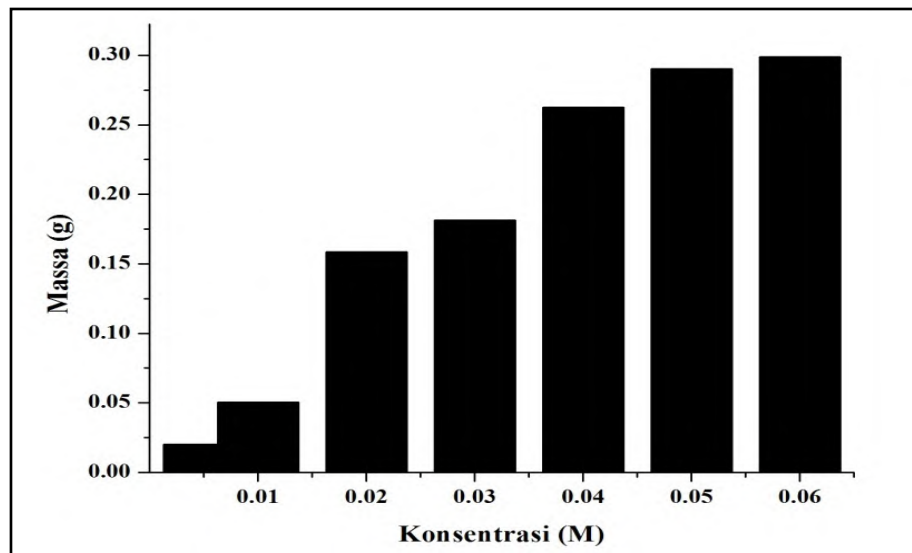
Semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan dalam proses sintesis maka nilai absorbansi pada spektra akan semakin meningkat. Hal ini dikarenakan semakin banyaknya logam timah yang terlarut. Pengendapan partikel dapat diketahui dari banyaknya logam timah yang terlarut. Banyaknya logam timah yang terlarut dalam koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel disajikan dalam tabel 4.2.

Tabel 4.2 Massa Logam Timah yang Terlarut dalam Koloid SnO<sub>2</sub> Nanopartikel yang Disintesis Menggunakan Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M pada Potensial 60 Volt

Konsentrasi (M)	Massa Sn (g)
0,005	0,0199
0,01	0,0499
0,02	0,1785
0,03	0,1810
0,04	0,2623
0,05	0,2897
0,06	0,2985

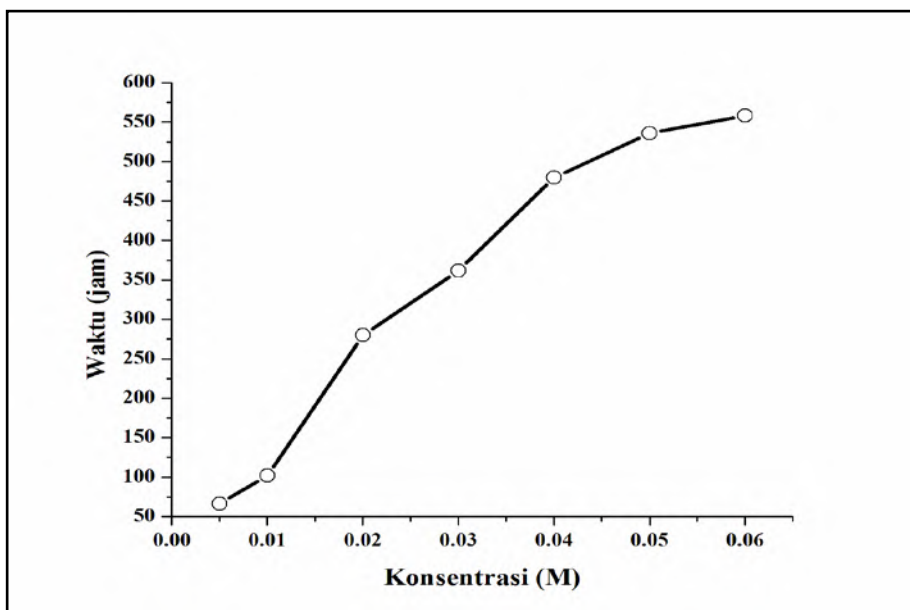
Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang dihasilkan dengan menggunakan potensial 60 volt pada konsentrasi HCl 0,06 M, jumlah timah nanopartikel yang terbentuk paling banyak dibandingkan konsentrasi lainnya. Dengan bertambahnya

konsentrasi HCl, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel semakin meningkat karena nanopartikel yang terbentuk semakin banyak. Banyaknya logam timah yang terlarut dalam koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel disajikan dalam gambar 4.11.



Gambar 4.11 Massa Timah yang Terlarut dalam Koloid  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel saat Sintesis dengan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M

Pada gambar 4.8 dan 4.9 menunjukkan bahwa konsentrasi HCl yang digunakan untuk elektrolisis mempengaruhi waktu terbentuknya endapan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Semakin besar konsentrasi yang digunakan untuk elektrolisis, maka semakin lama proses terbentuknya koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel menjadi endapan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel. Konsentrasi HCl 0,06 M menunjukkan waktu terbentuknya endapan paling lama dari konsentrasi yang lainnya. Hal ini dapat dilihat pada grafik waktu yang dibutuhkan  $\text{SnO}_2$  nanopartikel mengendap saat sintesis dengan potensial 60 volt pada konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M yang disajikan dalam gambar 4.12.



Gambar 4.12 Grafik Waktu yang Dibutuhkan  $\text{SnO}_2$  Nanopartikel Mengendap saat Sintesis dengan Potensial 60 Volt pada Konsentrasi HCl 0,005 – 0,06 M

#### 4.5 Hasil Analisis Zeta Sizer

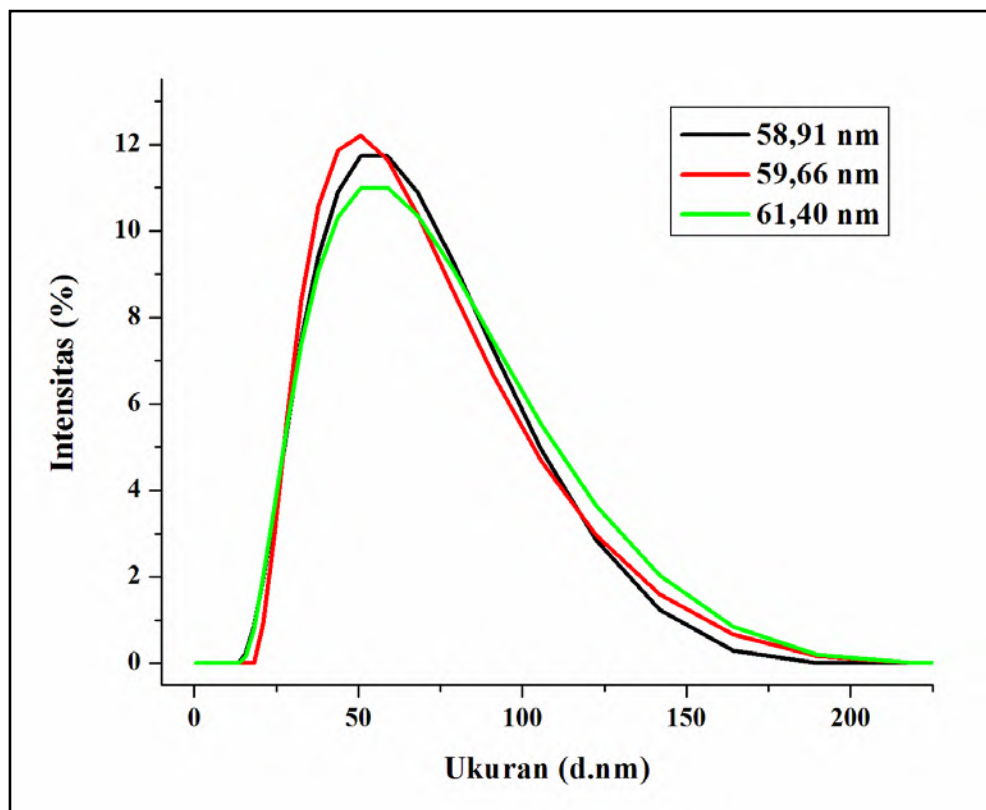
Koloid  $\text{SnO}_2$  nanopartikel optimum pada pengaruh potensial dengan elektrolisis menggunakan konsentrasi HCl 0,02 M dan potensial 60 volt dianalisis dengan instrumen *zeta sizer*. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel. Hasil analisis dengan menggunakan konsentrasi HCl 0,02 M pada potensial 60 volt disajikan pada tabel 4.3 dan distribusi penyebaran ukuran disajikan pada gambar 4.13.

Tabel 4.3 Hasil Analisis Instrumen *Zeta Sizer* saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 60 Volt

No.	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3	% Intensitas 1	% Intensitas 2	% Intensitas 3
1	58,91	0	0	100	0	0
2	59,66	0	0	100	0	0
3	61,40	0	0	100	0	0



Tabel 4.3 menunjukkan hasil yang stabil pada pengukuran koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel menggunakan instrumen *zeta sizer*. Ini dapat dilihat dari puncak yang dihasilkan, yakni masing-masing hanya 1 puncak yang dihasilkan dari 3x pengulangan. Pada gambar 4.13 ukuran partikel yang dihasilkan pada puncak 1 adalah 58,91 nm, puncak 2 dengan ukuran 59,66 nm dan puncak 3 dengan ukuran 61,40 nm. Ketiga puncak dari hasil pengukuran ini dihasilkan rata-rata ukuran sebesar 59,99 nm. Dengan demikian, ukuran koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh saat elektrolisis menggunakan konsentrasi HCl 0,02 M pada potensial 60 volt adalah 59,99 nm.



Gambar 4.13 Distribusi Ukuran Hasil Analisis Instrumen *Zeta Sizer* saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,02 M pada Potensial 60 Volt

Koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel optimum pada pengaruh konsentrasi dengan elektrolisis menggunakan konsentrasi HCl 0,06 M dan potensial 60 volt dianalisis dengan instrumen *zeta sizer*. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel. Hasil analisis dengan menggunakan

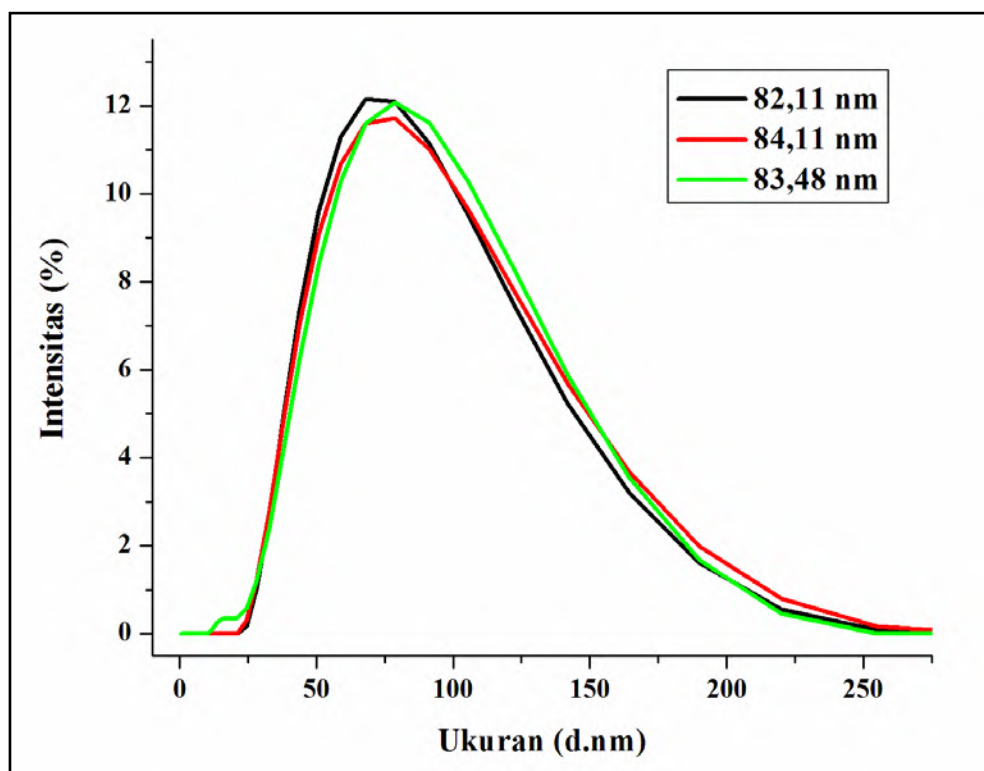
konsentrasi HCl 0,06 M pada potensial 60 volt disajikan pada tabel 4.4 dan distribusi penyebaran ukuran disajikan pada gambar 4.14.

Tabel 4.4 menunjukkan hasil yang stabil pada pengukuran koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel menggunakan instrumen *zeta sizer*. Ini dapat dilihat dari puncak yang dihasilkan, yakni masing-masing hanya 1 puncak yang dihasilkan dari 3x pengulangan. Pada gambar 4.14 ukuran partikel yang dihasilkan pada puncak 1 adalah 82,11 nm, puncak 2 dengan ukuran 84,11 nm dan puncak 3 dengan ukuran 83,48 nm. Ketiga puncak dari hasil pengukuran ini dihasilkan rata-rata ukuran sebesar 83,11 nm. Dengan demikian, ukuran koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh saat elektrolisis menggunakan konsentrasi HCl 0,06 M pada potensial 60 volt adalah 83,11 nm.

Hasil analisis menggunakan instrumen *zeta sizer* dari pengukuran optimum pada pengaruh potensial dan konsentrasi menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka ukuran partikel yang diperoleh juga semakin bertambah, yakni 59,99 nm untuk konsentrasi HCl 0,02 M dan 83,11 nm untuk konsentrasi 0,06 M.

Tabel 4.4 Hasil Analisis Instrumen *Zeta Sizer* saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,06 M pada Potensial 60 Volt

No.	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3	% Intensitas 1	% Intensitas 2	% Intensitas 3
1	82,11	0	0	100	0	0
2	84,11	0	0	100	0	0
3	83,48	0	0	100	0	0



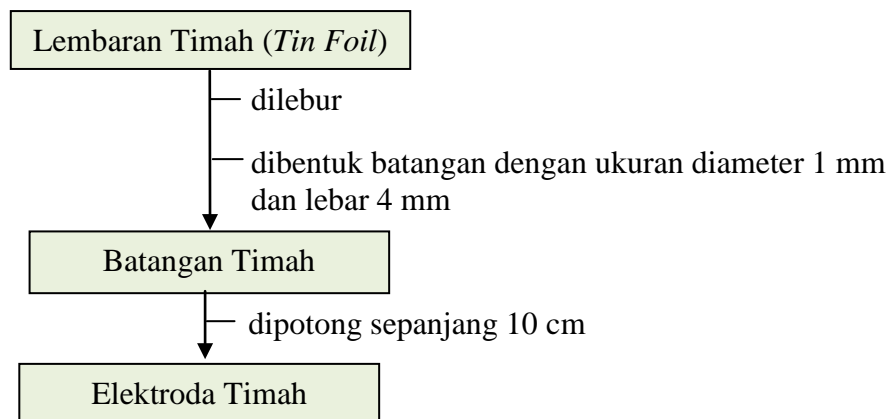
Gambar 4.14 Distribusi Ukuran Hasil Analisis Instrumen *Zeta Sizer* saat Elektrolisis dengan Konsentrasi HCl 0,06 M pada Potensial 60 Volt

Halaman ini sengaja dikosongkan

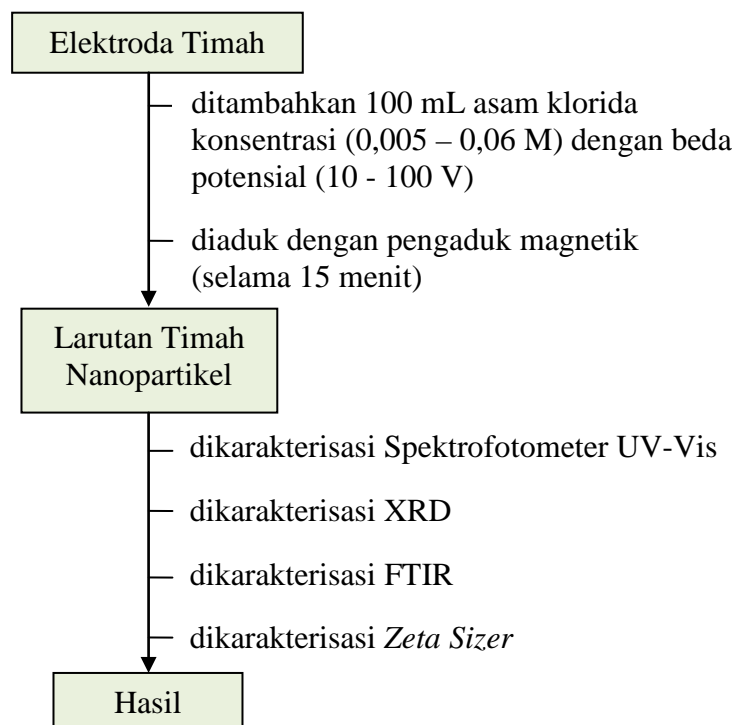
## LAMPIRAN

### 1. Skema Kerja

#### 1.1 Preparasi Elektroda Timah



#### 1.2 Preparasi dan Karakterisasi SnO<sub>2</sub> Nanopartikel



## **BAB 5**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa SnO<sub>2</sub> nanopartikel dapat disintesis dari logamnya dengan metode elektrokimia menggunakan larutan elektrolit asam klorida. Potensial yang digunakan untuk elektrolisis berpengaruh terhadap pengendapan, semakin tinggi potensial yang digunakan semakin lama waktu yang dibutuhkan SnO<sub>2</sub> nanopartikel mengendap. Potensial optimum yang dapat digunakan adalah potensial 60 volt.

Konsentrasi HCl yang digunakan berpengaruh terhadap jumlah dan ukuran SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang dihasilkan. Semakin besar konsentrasi yang digunakan, logam timah yang terlarut semakin banyak. Hal ini menyebabkan nilai absorbansi pada spektra UV-Vis mengalami peningkatan dan panjang gelombang bergeser menjadi lebih besar. Keadaan ini diperoleh pada konsentrasi HCl 0,06 M dengan nilai absorbansi 3,068 pada panjang gelombang 207 nm.

SnO<sub>2</sub> nanopartikel dipastikan berdasarkan *X-ray Diffraction* (XRD). Pola difraktogram yang diperoleh menunjukkan tiga puncak yang tajam, yakni pada (110), (101), dan (211) masing-masing pada sudut  $2\theta = 26,58^\circ$ ;  $33,39^\circ$  dan  $52,04^\circ$ , pola ini sesuai dengan difraktogram SnO<sub>2</sub> nanopartikel standar. Dan karakterisasi pada Spektrum *Fourier Transform Infrared* (FTIR) menunjukkan vibrasi antisimetri Sn–O di  $580\text{ cm}^{-1}$  yang berarti bahwa hasil sintesis merupakan SnO<sub>2</sub> nanopartikel.

Hasil analisis menggunakan instrumen *zeta sizer* menunjukkan bahwa panjang gelombang berhubungan dengan ukuran koloid SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh. Sintesis dengan konsentrasi HCl 0,02 M menghasilkan panjang gelombang pada 203 nm, diperoleh ukuran sebesar 59,99 nm. Sedangkan sintesis dengan konsentrasi HCl 0,06 M menghasilkan panjang gelombang pada 207 nm, diperoleh ukuran sebesar 83,11 nm.

## **5.2 Saran**

Penelitian ini menghasilkan SnO<sub>2</sub> nanopartikel dari logamnya dengan metode elektrokimia menggunakan larutan elektrolit HCl. Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat dilakukan pengembangan penelitian lebih lanjut mengenai SnO<sub>2</sub> nanopartikel ke berbagai aplikasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Allagui, A., Wüthrich, R. (2011), "The Electrochemical Discharges for The Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticles : Characterization and Mechanism", *Electrochimica Acta*, 58, 12–18.
- Anandgaonker, P., Kulkarni, G., Gaikwad, S., Rajbhoj, A. (2015), "Synthesis of  $\text{TiO}_2$  Nanoparticles by Electrochemical Method and Their Antibacterial Application", *Arab. J. Chem*, 1-8.
- Aziz, M., Saber A.S., Wan B, W.R. (2013), "Size Controlled Synthesis of  $\text{SnO}_2$  Nanoparticles by Sol Gel Method", *Mater. Lett*, 91, 31–34.
- Bensebaa, F, (2013), *Nanoparticle Fundamentals*, Nanoparticle Technologies From Lab to Market. Elsevier, 1–84.
- Bhattacharjee, A., Ahmaruzzaman, M., Sinha, T. (2015), "A Novel Approach for The Synthesis of  $\text{SnO}_2$  Nanoparticles and Its Application as a Catalyst in The Reduction and Photodegradation of Organic Compounds", *Spectrochim. Acta. A. Mol. Biomol. Spectrosc.* 136, Part B, 751–760.
- Blackman, J.A., Binns, C, (2008), *Metallic Nanoparticles*, Elsevier, 1–16.
- Budipramana, Y., Suprpto., Ersam, T., Kurniawan, F. (2014), Synthesis Nickel Hidroxide by Electrolysis at High Voltage. *APRN Journal*, vol.9. No.11.2014.
- Cao, G, (2004), *Nanostructures and Nanomaterials*. Imperial College Press (USA).
- Chamber, C., Holliday, A.K, (1975), *Modern Inorganic Chemistry*. Butterworth & Co Publishers Ltd (London).
- Choudhary, M., Singh, N.K., Dwivedi, R., Mishra, V.N. (2012), "Effect of Processing on The Particle Size of Tin Oxide Nanopowders" *J. Mater. Sci. Mater. Electron*, 24, 752–757.
- Chu, G., Zeng, Q., Shen, Z., Zou, H., Chen, J. (2014), "Preparation of  $\text{SnO}_2$  Nanoparticles using a Helical Tube Reactor via Continuous Hydrothermal Route", *Chem. Eng. J.* 253, 78–83.
- Davar, F., Salavati, N.M., Fereshteh, Z. (2010), "Synthesis and Characterization of  $\text{SnO}_2$  Nanoparticles by Thermal Decomposition of New Inorganic Precursor", *J. Alloys Compd*, 496, 638–643.



- Gaber, A., Abdel, L.A.Y., Abdel, R.M.A., Abdel-Salam, M.N. (2013), "Thermally Induced Structural Changes and Optical Properties of Tin Dioxide Nanoparticles Synthesized by a Conventional Precipitation Method", *Mater. Sci. Semicond. Process*, 16, 1784–1790.
- Gondal, M.A., Drmosh, Q.A., Saleh, T.A. (2010), "Preparation and Characterization of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles using High Power Pulsed Laser", *Appl. Surf. Sci.*, 256, 7067–7070.
- Gupta, R.K., Doak, J.W., Manivannan, K., Ghosh, K., Kahol, P.K. (2010), "Effect of Particle Size Distributions on Absorbance Spectra of Gold Nanoparticles", *Physica E*, Vol. 42, 1605–1609.
- Husna, Q. (2011), *Optimasi Konsentrasi Na-sitrat dan Pengaruh Potensial dalam Sintesis Emas Nanopartikel*, Tesis M.Si., Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Ibarguen, C.A., Mosquera, A., Parra, R., Castro, M.S., Rodríguez, P.J.E. (2007), "Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles through The Controlled Precipitation Route", *Mater. Chem. Phys.*, 101, 433–440.
- Koryta, J., Dvorak, J., Kavan, L. (1993), *Principles of Electrochemistry*, Second Edition. Publication, New York: A John Wiley & Sons, Inc.
- Krishnakumar, T., Jayaprakash, R., Parthibavarman, M., Phani, A.R., Singh, V.N., Mehta, B.R. (2009), "Microwave Assisted Synthesis and Investigation of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles". *Mater. Lett.*, 63, 896–898.
- Liu, H., Gong, S., Hu, Y., Zhao, J., Liu, J., Zheng, Z., Zhou, D. (2009), "Tin Oxide Nanoparticles Synthesized by Gel Combustion and Their Potential for Gas Detection", *Ceram. Int.*, 35, 961–966.
- Malvern Instrument (2013), *Zetasizer Nano User Manual*. MAN0485 Issue 1.1., Malvern Instruments Ltd, United Kingdom.
- Masuda, Y., Kato, K. (2009), "Aqueous Synthesis of Nanosheet Assembled Tin Oxide Particles and Their N<sub>2</sub> Adsorption Characteristics", *J. Cryst. Growth, The Proceedings of the 4th International Asian Conference on Crystal Growth and Crystal Technology* 311, 593–596.
- Mendes, P.G., Moreira, M.L., Tebcherani, S.M., Orlandi, M.O., Andrés, J., Li, M.S., Diaz-Mora, N., Varela, J.A., Longo, E. (2012), "SnO<sub>2</sub> Nanocrystals Synthesized by Microwave Assisted Hydrothermal Method: Towards a Relationship between Structural and Optical Properties", *J. Nanoparticle Res.*, 14, 1–13.

- Nowicki, W., Nowicka, G. (1991), Coagulation Kinetics: A Laboratory Experiment. *Journal of Chemical Education* Vol.68, 523-525.
- Rajendran, V., Anandan, K. (2012), "Size, Morphology and Optical Properties of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles Synthesized by Facile Surfactant Assisted Solvothermal Processing" *Mater. Sci. Semicond. Process*, 15, 393–400.
- Riyanto, (2013), *Elektrokimia dan Aplikasinya*, Graha Ilmu, Yogyakarta, 1-18.
- Sergeev, G.B., Klabunde, K.J, (2013), *Nanochemistry*, 2<sup>nd</sup> edition, Elsevier, Oxford, 275–297.
- Sibilia, P. (1996), *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, 2th Edition, John Wiley-VCH, New York.
- Supothina, S., Rattanakam, R., Vichaphund, S., Thavorniti, P. (2011), "Effect of Synthesis Condition on Morphology and Yield of Hydrothermally Grown SnO<sub>2</sub> Nanorod Clusters", *J. Eur. Ceram. Soc., Special Issue ICCPS 11: 11th International Conference of Ceramic Processing Science* 31, 2453–2458.
- Svehla, G, (1979), *Vogel's Textbook Of Macro And Semi Micro Qualitative Inorganic Analysis*, 5th edition. Longman Inc : New York.
- Takeuchi, Y, (2006), *Buku Teks Pengantar Kimia*. Iwanami Publishing Company : Tokyo, 145-147.
- Teh, J.J., Guai, G.H., Wang, X., Leong, K.C., Li, C.M., Chen, P. (2013), Nanoporous Tin Oxide Photoelectrode Prepared by Electrochemical Anodization in Aqueous Ammonia to Improve Performance of Dye Sensitized Solar Cell. *J.Renewable Sustainable energy* 5, 023120.
- Vasanth Raj, D., Ponpandian, N., Mangalaraj, D., Viswanathan, C. (2014), "Electrochemical Behavior of Nanostructured SnO<sub>2</sub> Thin Films in Aqueous Electrolyte Solutions", *Mater. Sci. Semicond. Process*, 26, 55–61.
- Verma, H.N., Singh, P., Chavan, R.M. (2014), Gold Nanoparticle: Synthesis and Characterization, *Veterinary World* 7(2); 72-77.
- Vidhu, V.K., Philip, D. (2015), "Biogenic Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles: Evaluation of Antibacterial and Antioxidant Activities", *Spectrochim. Acta. A. Mol. Biomol. Spectrosc*, 134, 372–379.

- Vijayarangamuthu, K., Rath, S. (2014), "Nanoparticle Size, Oxidation State, and Sensing Response of Tin Oxide Nanopowders using Raman Spectroscopy", *J. Alloys Compd*, 610, 706–712.
- Wang, M., Liu, Y., Xue, D., Yang, H. (2011), Preparation of Nanoporous Tin Oxide by Electrochemical Anodization in Alkaline Electrolytes. *Electrochimica Acta* 56, 8797-8801.
- Wang, J. (2006), *Analytical Electrochemistry, Third Edition*. A John Wiley & Sons, Inc., Publication, New York.
- Wei, W., Song, L.X., Guo, L. (2015), "SnO<sub>2</sub> Hollow Nanospheres Assembled by Single Layer Nanocrystals as Anode Material for High Performance Li Ion Batteries", *Chin. Chem. Lett*, 26, 124–128.
- Wen, Z., Zheng, F., Yu, H., Jiang, Z., Liu, K. (2013), "Hydrothermal Synthesis of Flowerlike SnO<sub>2</sub> Nanorod Bundles and Their Application for Lithium Ion Battery", *Mater. Charact*, 76, 1–5.
- Yu, J.G., Yu, H.G., Cheng, B., Zhao, X.J., Yu, J.C., Ho, W.K. (2003), "The Effect of Calcination Temperature on the Surface Microstructure and Photocatalytic Activity of TiO<sub>2</sub> Thin Films Prepared by Liquid Phase Deposition", *J. Phys. Chem. B* 107, 13871–13879.
- Yu, Z., Zhu, S., Li, Y., Liu, Q., Feng, C., Zhang, D. (2011), "Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles Inside Mesoporous Carbon via a Sonochemical Method for Highly Reversible Lithium Batteries", *Mater. Lett*, 65, 3072–3075.
- Zamand, N., Nakhaei Pour, A., Housaindokht, M.R., Izadyar, M. (2014), "Size-Controlled Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles using Reverse Microemulsion Method", *Solid State Sci*, 33, 6–11.
- Zamborini, F.P., Bao, L., Dasari, R. (2011), "Nanoparticles in Measurement Science", *Anal. Chem*, 84, 541–576.
- Zarazka, L., Czopik, N., Bobruk, M., Sulka, G.D., Mech, J., Jaskula, M. (2013), Synthesis of Nanoporous Tin Oxide Layers by Electrochemical Anodization. *Electrochimica Acta* 104, 549-557.
- Zhang, J., Wang, S., Wang, Y., Xu, M., Xia, H., Zhang, S., Huang, W., Guo, X., Wu, X. (2009), "Facile Synthesis of Highly Ethanol-Sensitive SnO<sub>2</sub> Nanoparticles," *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 139, 369–374.
- Zhou, X., Fu, W., Yang, H., Mu, Y., Ma, J., Tian, L., Zhao, B., Li, M. (2013), "Facile Fabrication of Transparent SnO<sub>2</sub> Nanorod Array and Their Photo Electrochemical Properties", *Mater. Lett*, 93, 95–98.

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Rahmi, lahir di Jambi tanggal 23 Januari 1990 dan merupakan anak ke 7 dari 7 bersaudara dari pasangan Bapak M. Aini AR dan Ibu Warti. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN 138 Kota Jambi (1996 - 2002), MTsN Model Kota Jambi (2002 – 2005), SMAN 1 Kota Jambi (2005 -2008). Setelah lulus dari SMAN tahun 2008 penulis diterima di Program Studi Pend.Kimia FKIP Universitas Jambi dan lulus pada tahun 2012. Penulis menjadi pelatih tetap di Sanggar Seni Kerlip Jambi (2008 sampai sekarang), sebagai Guru Privat (2009 – 2013), Asisten Praktikum Kimia Anorganik di S1 Kimia Reguler Mandiri FKIP UNJA dan Program Diploma III Kimia Industri dan Analisis Kimia UNJA (Pebruari – Agustus 2012) dan Asisten Praktikum Kimia Dasar di S1 Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UNJA (Pebruari – Juli 2013). Pada tahun 2013 penulis melanjutkan program pascasarjana di Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember bidang keahlian analitik melalui Program Beasiswa Pra S2-S2 Saintek dari DIKTI . Penulis menjadi Asisten Laboratorium Keterampilan Analisis Kimia di Jurusan Kimia FMIPA ITS (2015) dan sempat mengikuti seminar dan pelatihan terkait bidang keilmuan yang ditekuni. Penulis dapat dihubungi melalui email [rahmi.chem@gmail.com](mailto:rahmi.chem@gmail.com).